

ETUDE ET REALISATION D'UN REACTEUR POUR
TRAITEMENTS THERMOCHIMIQUES DE SURFACES
METALLIQUES PAR BOMBARDEMENT IONIQUE

-ooo-

THESE

présentée devant l'Université de Nancy I
pour obtenir le titre de
Docteur-Ingénieur

par

Jean - Charles DE PECKER

Ingénieur E.N.S.E.M.

soutenue le 17 Janvier 1975 devant la Commission d'Examen

-ooo-

JURY :

Monsieur le Professeur	R. GUILLIEN.	<i>Président</i>
Messieurs les Professeurs	M. GANTOIS	} <i>Examineurs</i>
	E. GUDEFIN	
	R. HUSSON	

1975



Digitized by the Internet Archive
in 2026

ETUDE ET REALISATION D'UN REACTEUR POUR
TRAITEMENTS THERMOCHIMIQUES DE SURFACES
METALLIQUES PAR BOMBARDEMENT IONIQUE

-000-

THESE

présentée devant l'Université de Nancy I
pour obtenir le titre de
Docteur-Ingénieur

par

Jean - Charles DE PECKER

Ingénieur E.N.S.E.M.

soutenue le 17 Janvier 1975 devant la Commission d'Examen

-000-

JURY :

Monsieur le Professeur	R.GUILLIEN.	Président
Messieurs les Professeurs	M.GANTOIS	} Examineurs
	E.GUDEFIN	
	R.HUSSON	

1975

ETUDE ET REACTION DES REACTIFS
TRANSFERTS THERMODYNAMIQUES DE SUBSTANCES
METALLIQUES PAR COMBUSTION

THESE

4330230 1917



- AVANT-PROPOS -

Ce travail a été effectué au Laboratoire de Génie Métallurgique de l'ECOLE NATIONALE SUPERIEURE DE LA METALLURGIE ET DE L'INDUSTRIE DES MINES DE NANCY en collaboration avec le Laboratoire d'ELECTROTECHNIQUE de l'ECOLE NATIONALE SUPERIEURE D'ELECTRICITE ET DE MECANIQUE DE NANCY.

Nous exprimons notre gratitude à Monsieur le Professeur Robert GUILLIEN pour l'honneur qu'il nous fait en acceptant de présider notre Jury de thèse.

Nous remercions tout particulièrement Monsieur Michel GANTOIS, Maître de Conférences, Directeur du Laboratoire de Génie Métallurgique de l'Ecole Nationale Supérieure de la Métallurgie et de l'Industrie des Mines de Nancy, qui a dirigé notre travail. Sa compétence, l'intérêt constant qu'il a porté à notre travail, ont été décisifs pour sa réalisation.

Nous adressons nos plus vifs remerciements à Monsieur Edmond GUDEFIN, Professeur à l'Ecole Nationale Supérieure d'Electricité et de Mécanique qui a suivi et guidé notre travail tout au long de sa réalisation.

Nous remercions profondément Monsieur René HUSSON qui a accepté, avec une grande amabilité, d'examiner notre travail et de faire partie de notre Jury.

Nous remercions aussi vivement Monsieur Henri MICHEL, Ingénieur de Recherches au Laboratoire de Génie Métallurgique de l'E.N.S.M.I.M.N., avec qui nous avons travaillé en étroite et permanente collaboration.

Nos remerciements s'adressent également à Monsieur Jean-Pierre PRELOT technicien au Laboratoire de Génie Métallurgique de l'E.N.S.M.I.M.N., qui a pris une grande part dans la réalisation technique de notre travail.

Nous remercions aussi très vivement tous ceux qui nous ont apporté leurs conseils et leur aide particulièrement Monsieur Maurice MARTIN, Maître de Conférences à l'Ecole Nationale Supérieure de la Métallurgie et de l'Industrie des Mines de Nancy et Monsieur Jean-Paul LOUIS, Maître-Assistant à l'Institut Universitaire de Technologie de Mécanique de Nancy et chercheur à l'E.N.S.E.M.

De même nous remercions tous ceux qui ont collaboré à la mise en oeuvre de ce mémoire, en particulier Madame BIGEARD, qui en a réalisé la frappe, Madame LEHMANN, Messieurs BOREUX et POIRSON, toute l'équipe du Laboratoire de Génie Métallurgique de l'E.N.S.M.I.M.N., toute l'équipe du Laboratoire d'Electrotechnique de l'E.N.S.E.M. ainsi que le Service de Reproduction de Cours et l'Atelier Fer de l'E.N.S.M.I.M.N.

- TABLE DES MATIERES -

	Pages
INTRODUCTION	1
CHAPITRE I : DISPOSITIF EXPERIMENTAL	3
I.1 - Décharge dans un gaz	3
I.2 - Appareil à décharge de laboratoire	5
I.3 - Générateur	10
CHAPITRE II : RAPPELS BIBLIOGRAPHIQUES SUR LES	21
DECHARGES	21
II.1 - Rappels sur les décharges dans un gaz à basse pression	21
II.2 - Décharge luminescente	25
II.3 - Paramètres de la décharge	28
II.4 - Phénomènes particuliers	32
II.5 - Etudes antérieures du régime de décharge	33
CHAPITRE III : RESULTATS EXPERIMENTAUX	35
III.1 - Généralités	35
III.2 - Etude des caractéristiques pression-densité de courant tension	37
III.3 - Influence de la température	43
III.4 - Influence de la forme des pièces	53
III.5 - Influence de la nature de la cathode	54
III.6 - Utilisation de ces résultats	57
CHAPITRE IV : REACTEUR DE DIMENSIONS INDUSTRIELLES	64
IV.1 - Enceinte du réacteur	64
IV.2 - Bilan énergétique	67
IV.3 - Durée de la mise en température	80
IV.4 - Durée de la mise en équilibre	90
IV.5 - Durée du refroidissement naturel	92
IV.6 - Générateur	93

CHAPITRE V	: APPLICATIONS METALLURGIQUES	96
V.1	- Nitruration et carbonitruration des aciers	96
V.2	- Nitruration du titane	103
V.3	- Autres traitements des surfaces	105
V.4	- Mécanisme de formation des couches superficielles	105

CONCLUSIONS

BIBLIOGRAPHIE

ANNEXES

Programme de calcul des températures et des puissances à l'équilibre	I
Programme de calcul de la montée en température	III
Programme de calcul de la montée en température et de la mise en équilibre	V

INTRODUCTION

Si on établit une décharge électrique dans un gaz réactif à basse pression, on peut, sous certaines conditions, réaliser sur des pièces métalliques reliées au potentiel cathodique - et donc soumises au bombardement ionique - des traitements thermochimiques de surface. En effet, sous l'effet du bombardement, les pièces peuvent s'échauffer jusqu'à une température pour laquelle se développera une réaction chimique entre les ions gazeux et les atomes métalliques.

Ces traitements peuvent, en général, être réalisés par d'autres procédés mais, à priori, celui-ci est séduisant pour plusieurs raisons :

- le fait que la décomposition du gaz est d'origine électrique a deux conséquences importantes : la nature des "éléments actifs" est différente et plus variée que lors d'une décomposition purement pyrolytique ; le potentiel du gaz actif peut être réglé pratiquement à volonté.

- il permet d'utiliser des gaz qui ne sont pas décomposables pyrolytiquement et de mise en oeuvre très facile.

- si la décharge s'établit uniformément sur les pièces à traiter, on obtiendra évidemment un traitement uniforme à la fois qualitativement (nature des couches formées) et quantitativement (épaisseur des couches) ce qui est rarement le cas lorsqu'on utilise d'autres techniques de traitement.

Potentiellement, cette technique a donc un domaine d'application très vaste et des avantages considérables puisqu'on peut simultanément envisager la formation de revêtements nouveaux, une économie de produits réactifs, une économie d'énergie et l'élimination de toute forme de pollution.

Pour mettre en oeuvre un tel procédé non seulement à l'échelle du laboratoire mais encore à l'échelle industrielle, il est nécessaire d'en étudier les principales caractéristiques, qui permettront de définir le réacteur - le générateur électrique et l'enceinte de traitements - et les conditions optimales de fonctionnement.

C'est avec cet objectif que nous avons entrepris cette étude pour laquelle nous avons conçu un dispositif expérimental de laboratoire que nous décrivons dans le premier chapitre. Un rappel bibliographique sur les propriétés et le mécanisme de la décharge luminescente fait l'objet du deuxième chapitre. Les résultats expérimentaux sont analysés au troisième chapitre alors que nous définissons au quatrième les caractéristiques d'une installation de dimensions industrielles que nous avons conçue et réalisée. Enfin nous exposons au cinquième chapitre les différentes applications métallurgiques qui ont été mises au point au Laboratoire de Génie Métallurgique.

CHAPITRE I

DISPOSITIF EXPERIMENTAL

Après un bref rappel sur le principe de la décharge dans un gaz, et, notamment le type de caractéristique tension-courant, ce chapitre décrit le dispositif expérimental que nous avons conçu et réalisé au L.G.M. Il comprend l'enceinte sous vide dans laquelle se réalisent les traitements et le générateur électrique qui l'alimente.

I.1 - Décharge dans un gaz.

I.1.1 - Caractéristique tension-courant (†)

Lorsqu'on applique une tension électrique continue entre deux électrodes placées dans un gaz à basse pression, il s'établit un courant si la tension est supérieure à une certaine valeur appelée tension d'amorçage. Plusieurs régimes de décharge peuvent apparaître selon, en particulier, la tension appliquée et la pression du gaz.

La caractéristique tension-courant permet de décrire ces différents régimes. Par exemple, la figure 1, montre la courbe obtenue pour une décharge dans le néon à la pression de 1 mm de mercure.

V_g est la tension d'amorçage. La zone ABC est la zone de la décharge luminescente, la zone DE le régime d'arc, et la zone CD une zone de transition très instable.

Le régime d'arc se caractérise par une faible chute de tension pour de grandes intensités de courant.

Le régime de décharge luminescente (portion ABC) correspond lui-même à plusieurs types de décharges qui ont des caractéristiques communes :

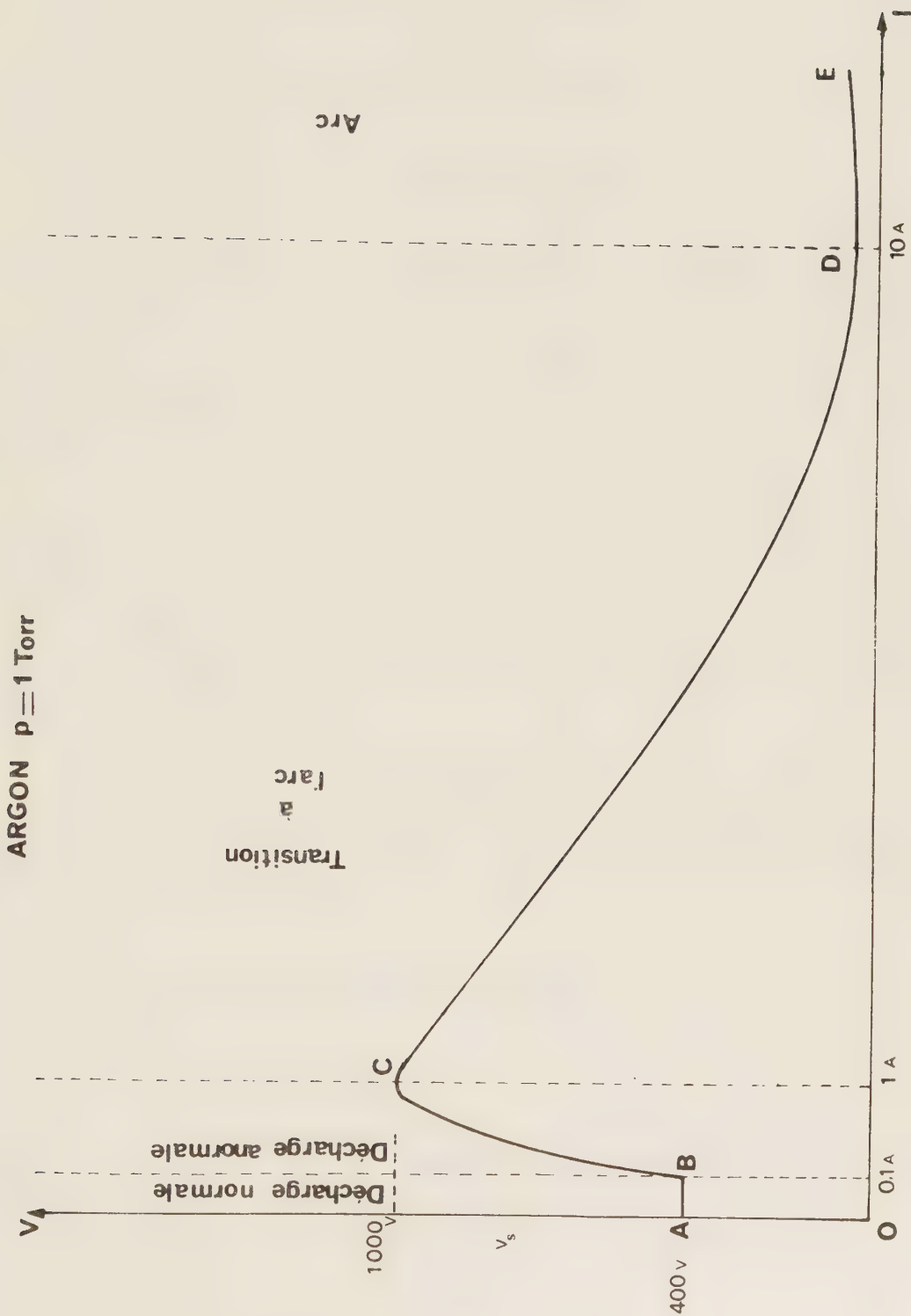


Figure 1 : Caractéristique tension-courant à pression constante

- la zone AB est la région de décharge "normale" qui correspond à un palier de tension appelé chute cathodique normale. Seule une partie de la cathode est recouverte par l'effleuve.

- la zone BC est la zone de décharge "anormale" où le courant croît avec la tension. Dans ce cas, toute la cathode est recouverte par l'effleuve.

C'est ce type de décharge qu'il est possible d'utiliser pour effectuer des traitements thermo-chimiques de surfaces métalliques.

I.1.2 - Propriétés de la décharge anormale.

En étudiant la répartition de la tension dans une décharge établie dans un gaz à une pression de quelques torrs, on constate que la chute de tension se produit en majeure partie dans un espace qui entoure la cathode et dont l'épaisseur est de l'ordre du millimètre ou même du dixième de millimètre. C'est la chute cathodique, caractéristique du gaz, de sa pression et du métal composant les électrodes.

Les ions gazeux sont accélérés par le champ intense qui règne près de la cathode. Ils bombardent celle-ci avec une énergie qui peut être considérable. L'ionisation aux pressions de 1 à 10 Torrs est très importante. La puissance fournie à la cathode peut atteindre plusieurs watts par centimètres carrés. Il se produit un échauffement de la cathode jusqu'à des températures correspondant à l'émission thermo-électronique.

D'autre part, sous l'effet du bombardement ionique, des ions métalliques de la cathode sont éjectés et peuvent réagir avec les ions gazeux pour former des composés à la surface. Simultanément, les atomes gazeux fixés à la surface peuvent diffuser au coeur de la cathode.

I.2.- Appareil a décharge de laboratoire.

I.2.1 - Schéma général.

La figure 2 montre le schéma général de l'appareil. Il comprend le générateur électrique (1), l'enceinte à décharge (2) et le groupe à vide (3).

Les électrodes (15) sont isolées de l'ensemble de l'enceinte qui est à la terre.

Le gaz est introduit par l'entrée (11).

1.2.2 - Groupe à vide.

Une pompe primaire (4) sert d'une part à faire un vide initial inférieur à 10^{-1} Torr, pression à laquelle s'amorce la pompe secondaire (5), pompe à diffusion d'huile, qui permet de faire un vide inférieur à 10^{-4} Torr . En fait cette dernière n'est utilisée que dans les traitements qui nécessitent une très grande pureté du gaz.

La pompe primaire sert d'autre part à maintenir un débit de gaz constant à l'intérieur de l'enceinte en cours de traitement. Il est en effet nécessaire d'introduire constamment du gaz, d'une part pour avoir une atmosphère toujours renouvelée et identique (ce qui n'est pas le cas en atmosphère confinée à cause notamment du dégazage de la cathode). D'autre part, cela permet, dans le cas d'un traitement dans un mélange gazeux, de maintenir la composition du mélange constante. Ce débit est réglé par la vanne-aiguille d'entrée de gaz (12) et par la vanne à petit débit (8) qui court-circuite la vanne à grand débit (7). La composition des mélanges gazeux est obtenue à l'aide de débitmètres placés avant la vanne-aiguille.

1.2.3 - Enceinte à décharge (figure 3).

Elle est composée d'un cylindre en pyrex de 50 cm de hauteur et de 30 cm de diamètre, et de deux platines en acier inoxydable : la platine inférieure (1) et la platine supérieure (2) qui obturent le cylindre par l'intermédiaire de joints étanches.

Dans la platine inférieure sont percés un certain nombre de trous pour le passage de l'alimentation (3) de la cathode ; l'entrée de gaz (4) ; l'entrée d'air (5) ; la jauge pour mesure du vide primaire ; éventuellement la jauge pour mesure de vide secondaire ; le passage du thermocouple (6) ; le tuyau de pompage primaire (7) ; les arrivées et sorties d'eau de refroidissement (8). Un trou central de 12 cm de diamètre (9) peut être utilisé pour placer soit une pompe à vide secondaire soit un système de trempe.

La platine supérieure comprend le passage de l'alimentation de l'anode (16) et ceux des arrivées et sortie d'eau de refroidissement (11 et 12) .

Le cylindre en pyrex est protégé par un écran thermique, refroidi par une circulation d'eau ; il comprend deux parties : un manchon (13) relié à la platine supérieure, un plateau (14) fixé sur la platine inférieure. Cet écran sert à "évacuer" les pertes thermiques qui, aux températures de 500 à 1000°C et aux pressions de 1 à 10 Torrs, sont essentiellement, comme nous le montrerons ultérieurement, des pertes par rayonnement. L'écran, fixé aux platines est électriquement relié à la terre.

- (1) Platine inférieure
- (2) Platine supérieure
- (3) Arrivée de l'alimentation cathodique
- (4) Entrée de gaz
- (5) Entrée d'air
- (6) Passage de thermocouple
- (7) Tuyau de pompage
- (8) Tuyau de refroidissement
- (9) Bride de raccordement de la pompe secondaire
- (10) Arrivée de l'alimentation de l'anode
- (11)-(12) Tuyaux de refroidissement
- (13)-(14) Bouclier thermique
- (15) Fenêtres d'observation
- (16) Anode
- (17) Fil d'aménée de courant à la cathode
- (18) Cathode
- (19) Tube d'isolation en alumine
- (20) Bride de fixation du tube
- (21) Tube de protection en vycor
- (22) Ciment réfractaire
- (23) Cabochon étanche
- (24) Thermocouple

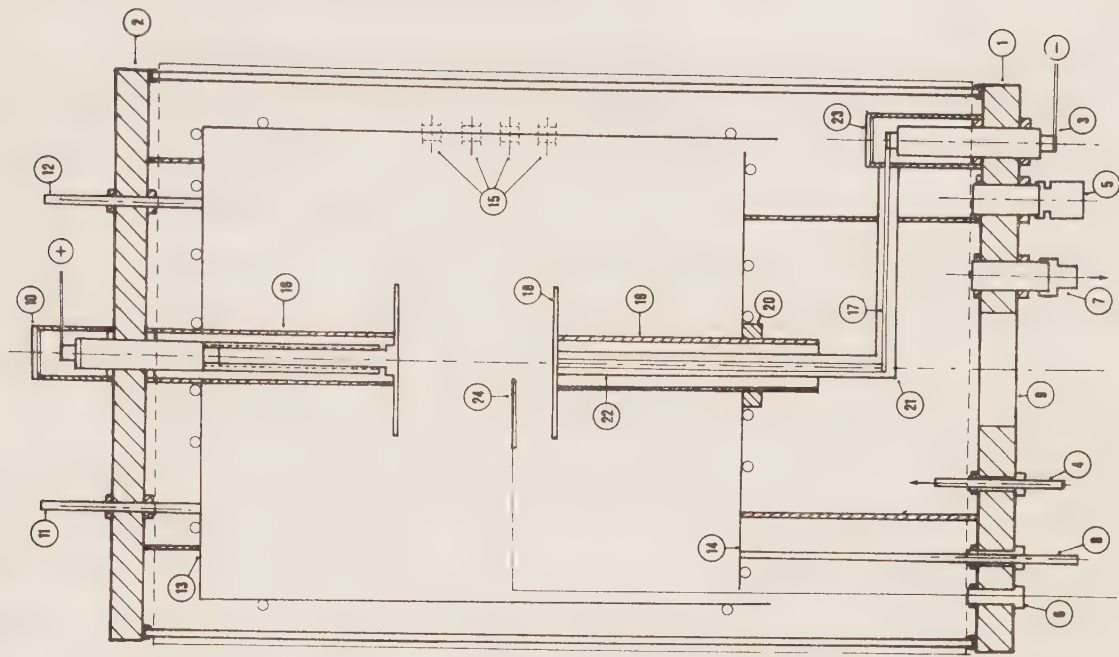


Figure 3 : Schéma de l'enceinte

Quatre fenêtres (15), sur le manchon, permettent d'observer la décharge.

1.2.4 - Passages de courant. Isolement.

Les passages de courant sont étanches à un vide de 10^{-6} Torr et isolés à une tension de 10 KV. Sur celui de l'alimentation anodique (16, figure 3) est fixé un tube dont l'intérieur est fileté, ce qui permet d'y placer l'anode et de régler la distance anode-cathode de 0 à 10 cm.

L'isolement de l'anode est assuré par deux tubes en alumine coaxiaux, l'un fixe, l'autre posé sur la plaque anodique et donc solidaire de celle-ci lorsqu'on modifie la distance inter-électrodes.

L'isolement de l'alimentation cathodique est plus difficile à réaliser. Il doit être beaucoup plus "étanche" à la décharge : il faut en effet éviter que celle-ci ne se produise sur le conducteur (3) et surtout qu'il ne s'amorce un régime d'arc. Enfin la pulvérisation cathodique entraîne la métallisation rapide des parties isolantes. La solution que nous avons retenue est constituée d'une plaque cathodique (18) portée par un tube en alumine (19) fixé sur le plateau (14) par l'intermédiaire de la bride (20). Le courant est amené par un fil en tungstène (17) placé dans un tube en vycor (21). Les extrémités de celui-ci sont obturées par du ciment réfractaire au côté de la cathode (22) et par une résine polymérisable du côté du passage de courant (qui ne s'échauffe pas pendant le traitement). Celui-ci est recouvert par un capuchon en bakélite (23) parfaitement étanche aux effluves. Le tout est démontable, car le tube en alumine (19) se métallise assez rapidement (au bout de quelques heures de traitement) et il est nécessaire de le nettoyer à l'acide fluorhydrique.

Ce passage de courant est suffisant pour une installation de laboratoire de faible puissance mais ne peut être transposé à plus grande échelle. Nous verrons ultérieurement que l'étude de la décharge nous a permis de concevoir un passage de courant utilisable à l'échelle du réacteur industriel.

1.2.5 - Mesure de température.

Elle se fait à l'aide d'un thermocouple chromel-alumel et d'un potentiomètre de lecture ou d'un enregistreur.

Le thermocouple est un thermo-coax dont le gaine est isolée de la cathode par l'intermédiaire d'un tube en alumine. Celui-ci se métallise sous l'effet de la pulvérisation cathodique et il faut le nettoyer comme le passage de courant.

I.3 - Générateur.

Aux températures de 1200°C, les pertes par rayonnement pour des échantillons d'acier sont de l'ordre de quelques dizaines de watts par cm^2 . Le générateur doit donc fournir une puissance de quelques KW pour chauffer les pièces et les maintenir en température.

I.3.1 - Alimentation

Le générateur fournit une tension monophasée redressée double alternance, non filtrée. Cela permet un désamorçage plus facile d'un arc éventuel à chaque demi-alternance. Il existe en effet une tension d'amorçage et une tension de désamorçage, qui conduit, pendant un faible intervalle de temps, à un courant nul.

La commande de puissance est obtenue à l'aide d'un alternostat monophasé 0-220 V, suivi d'un transformateur monophasé.

La tension est redressée par un pont à diodes. Dans la gamme de 1 à 2 KV ; il faut utiliser des diodes en série car les tensions inverses maximales admissibles ne dépassent pas 1600 V de crête soit 1100 V efficaces.

Pour assurer une répartition égale de la tension entre 2 diodes placées en série, il faut brancher en parallèle sur chacune une résistance dont la valeur dépend du courant de fuite de la diode : c'est l'équilibrage statique.

Il faut aussi assurer l'équilibrage dynamique : à la mise sous tension et à la commutation, l'inégalité des capacités anode-cathode des diodes peut en effet provoquer des surtensions transitoires. Pour les éviter, on branche en parallèle sur chaque diode une capacité très supérieure à celle de la jonction anode-cathode avec, en série, une faible résistance pour éviter une décharge trop rapide de la capacité.

Les valeurs de ces éléments sont en général données par les constructeurs.

1.3.2 - Point de fonctionnement.

Soit V la tension moyenne redressée, I le courant moyen redressé.

Le point de fonctionnement (V, I) est le point d'intersection de la caractéristique $V = f(I)$ de la décharge (figure 1) et de la caractéristique du générateur.

Nous supposons que celle-ci est linéaire, c'est à dire que, si R_1 est la résistance interne du générateur, et si E est la tension moyenne redressée à vide, on peut écrire :

$$V = E - R_1 I \quad V = f(I) \quad (1)$$

Le point de fonctionnement est le point M de la figure 4.

1.3.3 - Stabilité de la décharge.

Comme le montre la figure 1, le régime de décharge anormale est proche du régime d'arc dont les caractéristiques électriques sont très différentes de celles du régime anormal : faible chute de tension (quelques dizaines de volts) et forte intensité qui n'est limitée que par la résistance R_1 . De plus,

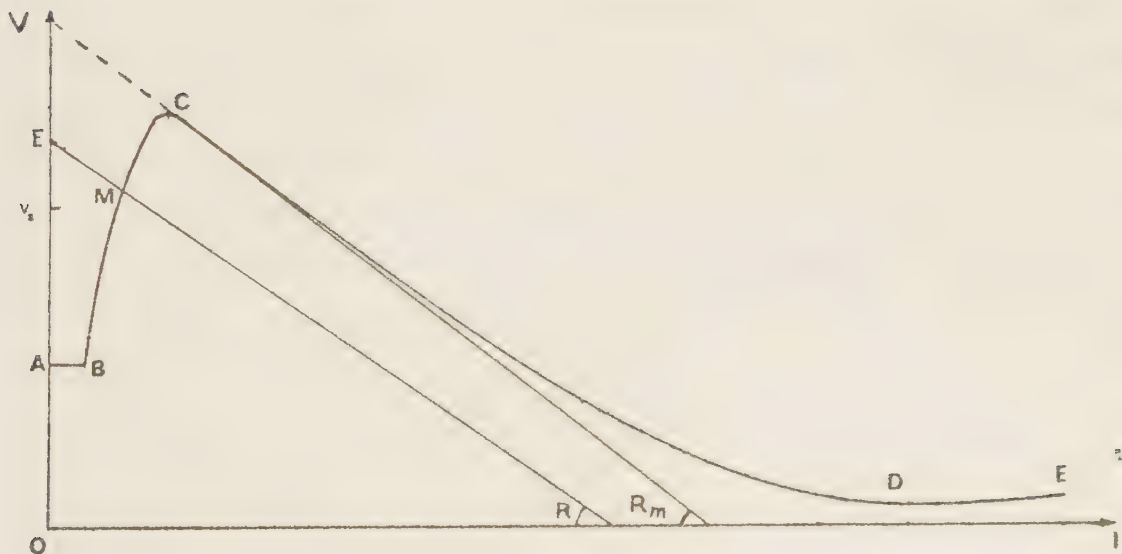


Figure 4 : Point de fonctionnement.

l'amorçage d'un arc sur la cathode provoque un échauffement local très intense qui peut détériorer la cathode.

Il faut donc éviter l'amorçage d'un régime d'arc.

La figure 4 montre que, si R_i est supérieure ou égale à une certaine valeur R_m , la droite de charge, quel que soit le point de fonctionnement M, ne coupe jamais la partie CDE de la caractéristique. Cela signifie qu'avec une résistance en série suffisante, il ne peut s'amorcer de régime d'arc.

Mais, d'une part, la valeur de R_m est liée à la caractéristique (qui est la caractéristique à pression constante) et il n'est donc pas possible de déterminer une valeur convenant quelle que soit la pression, la forme des pièces etc. La figure 4 nous donne par exemple $R_m = 130$ ohms.

D'autre part, la zone CDE de la caractéristique correspond, comme nous le verrons plus en détail au chapitre 2, à un certain type d'arc : l'arc par émission thermo-électronique. Mais il peut aussi s'amorcer un arc par effet de champ qui n'est plus décrit par la zone DE de la caractéristique. Un tel arc peut s'amorcer même si R_i est supérieure à R_m .

Il faut donc prévoir un dispositif qui désamorce l'arc dès qu'il se forme en un temps très court (de l'ordre de quelques microsecondes) pour éviter la détérioration des pièces traitées.

1.3.4 - Dispositif de coupure d'arc.

Pour "couper" l'arc très rapidement, on utilise la variation de l'un des paramètres électriques tension ou intensité pour court-circuiter les électrodes par l'intermédiaire d'éléments à réponse très rapide et dont la chute de tension est inférieure à la tension de maintien de l'arc.

L'élément le mieux adapté est le thyristor. Deux thyristors ont été montés en série, équilibrés statiquement et dynamiquement.

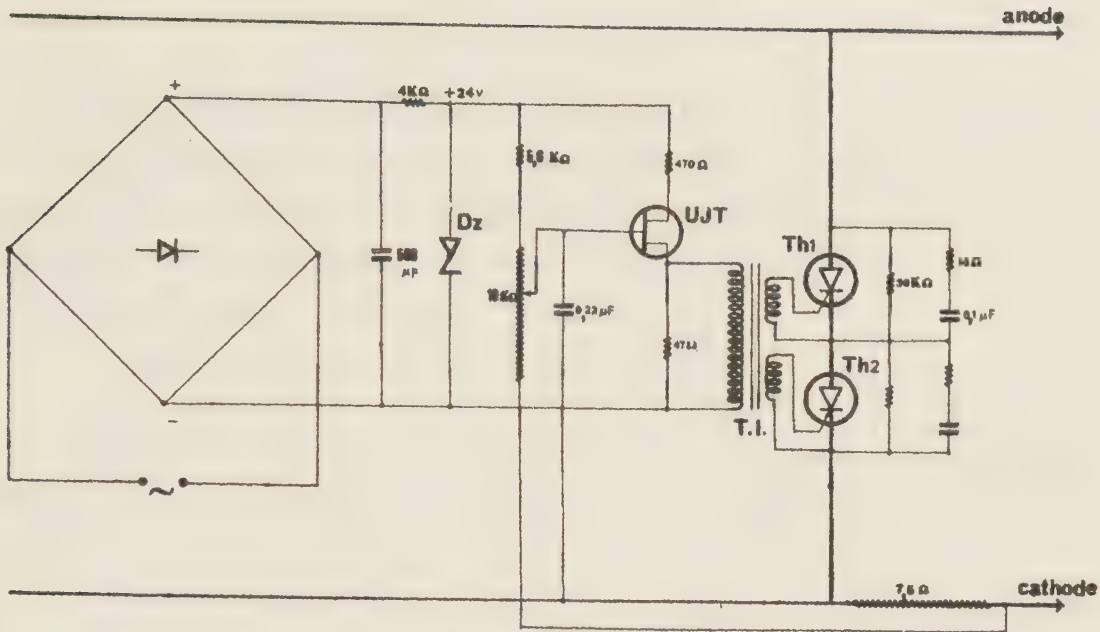


Figure 5 : Circuit de déclenchement des thyristors.

Les thyristors sont déclenchés par un système à seuil qui envoie une impulsion sur chacun d'entre eux lorsque le courant de décharge croît brusquement (figure 5). Pour cela, on utilise la tension aux bornes d'une résistance placée en série dans le circuit de la décharge. Lorsque cette tension dépasse un seuil fixé par un potentiomètre, un transistor unijonction se déclenche et envoie deux impulsions égales et simultanées sur chacun des deux thyristors.

La figure 5 donne le schéma de ce circuit. La résistance de 7,5 ohms est calculée de façon à ce que la tension aux bornes du transistor unijonction dépasse la tension de pic lorsque le courant qui la traverse croît brusquement.

Lorsque le thyristor s'amorce, il court-circuite la sortie du pont redresseur principal. Le courant croît et n'est limité que par la résistance R_i et l'inductance de fuite du transformateur H.T.

Pour limiter le courant de court-circuit et la montée en courant $\frac{di}{dt}$, on peut utiliser un transformateur à tension de court-circuit élevé (de l'ordre de 10 %). On peut aussi utiliser un transformateur à faible tension de court-circuit (2 %) et remplacer R_i par une inductance Z placée du côté alternatif, au primaire ou au secondaire du transformateur. C'est la solution que nous avons retenue.

Nous admettrons que, dans ces conditions, la caractéristique du générateur est encore linéaire. Il s'agit en fait d'une très grossière approximation, compte tenu du type de charge (non linéaire) et, en particulier l'existence d'une tension d'amorçage et de désamorçage. Néanmoins, l'expérience nous a montré que cette approximation était justifiée.

1.3.5 - Stabilité de la température.

Pour réaliser des traitements de longue durée, homogènes et reproductibles, il faut assurer la stabilité de la température, c'est à dire la stabilité de la puissance fournie à la cathode par la décharge.

Il n'est pas possible, comme dans un four classique, d'utiliser une régulation de température par tout ou rien (ou par tout ou peu) car la décharge ne sert pas seulement au chauffage des pièces mais intervient directement dans le traitement.

Pour limiter les variations de la puissance lorsque le courant I varie (ce qui se produit par exemple lorsque la pression dans l'enceinte varie), on peut déterminer la valeur $|Z|$ pour que $\frac{dP}{dI} = 0$.

D'après ce qui précède, la puissance P est en effet :

$$P = VI = (E - |Z| I) I$$

d'où :

$$\frac{dP}{dI} = E - 2 |Z| I$$

On aura donc :

$$\frac{dP}{dI} = 0 \text{ si } E = 2 |Z| I$$

soit :

$$E = 2 V \text{ et } |Z| = \frac{V}{I}$$

Ce calcul montre que la valeur de $|Z|$ dépend du point de fonctionnement. Par exemple, pour $V = 1000 \text{ V}$ et $I = 2 \text{ A}$; on obtient :

$$E = 2000 \text{ V et } |Z| = 500 \text{ ohms}$$

D'autre part, le facteur de puissance est, dans ces conditions, assez faible puisqu'il est inférieur à :

$$\frac{VI}{EI} = 0,5$$

Ce calcul montre qu'avec une inductance convenablement choisie, la température de la cathode restera stable pendant des traitements de longue durée même s'il se produit une petite fluctuation de pression.

1.3.6 - Calcul des éléments.

1.3.6.1 - Choix de $|Z|$

Compte-tenu de tout ce qui précède, nous avons choisi $|Z| = 300$ ohms, soit une inductance L de 0,96 H.

1.3.6.2 - Caractéristiques du générateur.

Nous avons fixé les caractéristiques du générateur à :

Tension moyenne redressée maximale : 1200 V
pour un courant moyen redressé maximal de : 2 A

soit une puissance utile maximale de 2,4 KW

Pour déterminer les caractéristiques des différents éléments composant le générateur, nous supposons que le facteur de tension et le facteur de courant sont tous deux égaux à 0,9 (ce qui, compte-tenu de la charge est une très grossière approximation).

Avec cette hypothèse, le courant efficace au secondaire du transformateur correspondant au courant moyen redressé de 2 A est de :

$$I_{\text{eff}} = \frac{2}{0,9} = 2,2 \text{ A}$$

et la tension efficace :

$$V_{\text{eff}} = \frac{1200}{0,9} = 1335 \text{ V}$$

Etant donné la présence de $|Z|$, la valeur moyenne de la tension à vide redressée est, compte tenu des hypothèses précédentes :

$$E = 1200 + 2 \times 300 = 1800 \text{ V}$$

et la valeur efficace correspondante :

$$E_{\text{eff}} = \frac{1800}{0,9} = 2000 \text{ V}$$

Les caractéristiques du transformateur H.T. sont donc :

primaire	220 V	20 A
secondaire	2000 V	2,2 A
puissance apparente		4,4 KVA

REMARQUE :

L'impédance Z que nous avons placée est au primaire du transformateur : son module est égal à 3,6 ohms, ce qui, ramené au secondaire donne bien 300 ohms.

1.3.6.3 - Calcul des surintensités.

Lors de l'amorçage d'un arc et du court-circuitage des électrodes par les thyristors qui s'en suit, il se produit des surintensités transitoires.

Pour en faire l'étude, nous ramènerons l'ensemble des éléments au secondaire du transformateur. On appellera ainsi l_f l'inductance de fuite du transformateur que l'on supposera faible devant l'inductance L . On appellera $L_t = L + l_f$, l'inductance totale du générateur.

On supposera également que la résistance totale du générateur r_t est très inférieure à 300 ohms.

Nous ferons le calcul des surintensités dans le cas le plus "défavorable", c'est à dire dans le cas où il débite au maximum soit $V = 1200 \text{ V}$, $I = 2 \text{ A}$. Nous avons montré que l'on avait alors :

$$V_{\text{eff}} = 2000 \text{ V}$$

Au moment du court-circuit, on peut admettre que les surintensités transitoires seront inférieures ou égales aux surintensités produites à la mise sous tension continue de $2000 \sqrt{2} = 2840 \text{ V}$ d'un circuit comprenant une résistance r_t et une inductance L_t , dont les conditions initiales sont : (2)

$$I_0 = 2,2 \text{ A pour } t = 0 \quad (\text{figure 6})$$

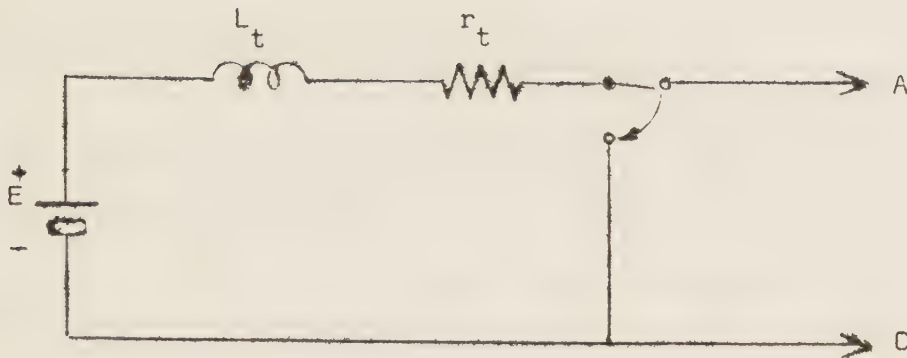


Figure 6

L'équation du régime transitoire est :

$$E = L_t \frac{di}{dt} + r i \quad \text{avec} \quad i(0) = I_0$$

et sa solution :

$$i(t) = \frac{E}{r} (1 - e^{-(r/L_t)t}) + I_0 e^{-(r/L_t)t}$$

Pour $t \ll 1/200$ sec, soit 1/4 de période, on peut écrire que :

$$e^{-(r/L_t)t} \approx 1 - \frac{r}{L_t} t$$

d'où :

$$i(t) \approx \frac{E}{L_t} t + I_0 (1 - \frac{r}{L_t} t)$$

$$\approx I_0 + \frac{Et}{L_t} \quad \text{pour } t \ll \frac{1}{100} \text{ sec} \quad (2)$$

Pour $t = 5$ ms, le calcul donne :

$$i = 17 \text{ A} \quad \text{et} \quad \frac{di}{dt} = 2,8 \text{ A/ms}$$

On peut donc en déduire que, à la mise en court-circuit par les thyristors, la surintensité transitoire sera inférieure à 17 A et la montée en courant inférieur à 2,8 A/ms.

1.3.6.4 - Éléments composant le pont à diodes.

Nous avons utilisé des diodes de courant efficace maximal 16 A et de tension inverse répétitive 1600 V. Ces diodes peuvent supporter un courant de 200 A pendant 10 millisecondes et une montée en courant de 3 A/ms.

Les éléments d'équilibrage en parallèle sur chaque diode sont données par le constructeur :

- résistance d'équilibrage statique :

$$R = 50 \text{ K}\Omega$$

- équilibrage dynamique :

$$r = 10 \text{ }\Omega$$

$$C = 0,22 \text{ }\mu\text{F}$$

1.3.6.5 - Thyristors.

Les thyristors admettent normalement un courant efficace de 16 A et une tension de crête répétitive de 1600 V. Les éléments d'équilibrage sont :

- équilibrage statique :

$$R = 30 \text{ K}\Omega$$

- équilibrage dynamique :

$$r = 10 \text{ }\Omega$$

$$C = 0,1 \text{ }\mu\text{F}$$

Ils peuvent supporter 100 A pendant 10 ms et une montée en courant maximale de 3 A/ms.

1.3.6.6 - Alternostat.

Ses caractéristiques sont :

- tension : 0-220 V
- courant nominal : 20 A

Il peut supporter 26 A pendant une demi-heure et 200 A pendant 1/10 sec.

1.3.6.7 - Appareils de mesure.

Un voltmètre ferromagnétique mesure la tension à la sortie de l'alternostat. Un ampéremètre ferromagnétique mesure le courant au primaire du transformateur.

Un ampéremètre magnéto-électrique à cadre mesure le courant moyen redressé à la sortie du pont. Les appareils utilisés sont isolés pour une tension de 2kV.

La tension moyenne redressée aux bornes des électrodes est mesurée à l'aide d'un pont diviseur et d'un voltmètre magnéto-électrique à cadre gradué de 0 à 1500 V.

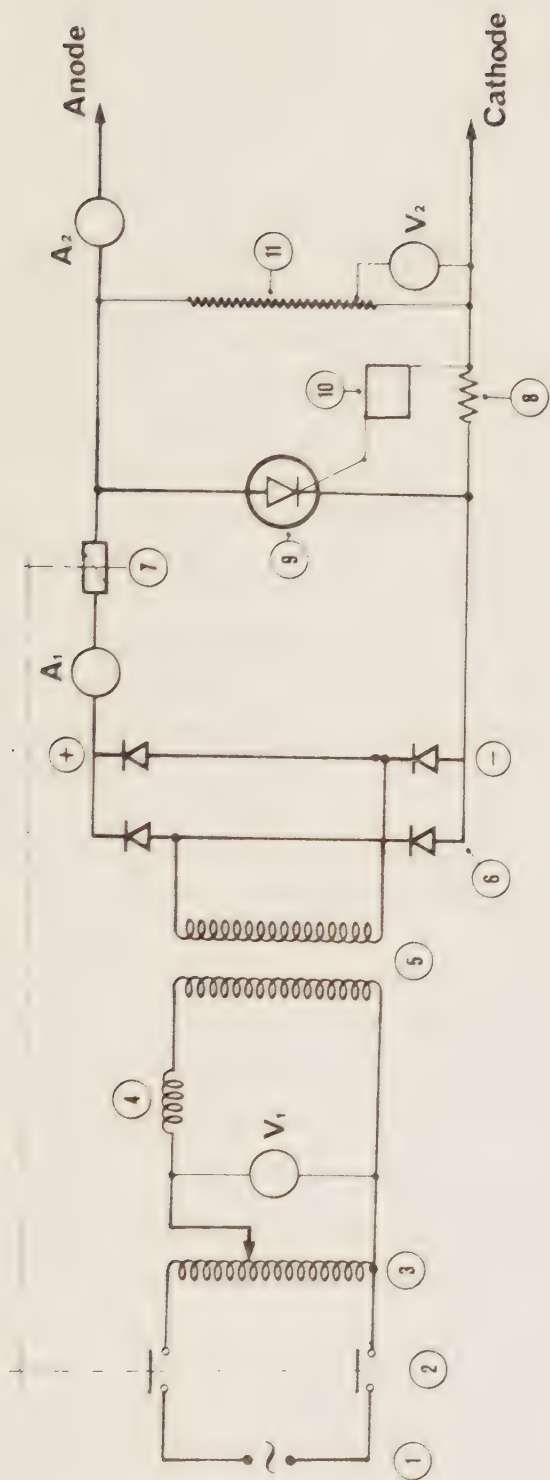
1.3.6.8 - Protection contre les surintensités.

En cas de surintensité dépassant les valeurs tolérées par les éléments semi-conducteurs et l'alternostat, un relais électromagnétique de surintensité placé à la sortie du pont permet de couper momentanément le circuit au primaire du transformateur.

1.3.6.9 - Schéma et fonctionnement.

La figure 7 décrit le schéma de fonctionnement du générateur.

En cas d'amorçage d'arc, les thyristors (9) court-circuitent les électrodes. A la fin de l'alternance, ceux-ci se débloquent et, si l'arc est désamorqué la décharge se rétablit normalement. Dans le cas contraire, le courant de décharge augmente brusquement et la décharge est de nouveau instantanément coupée jusqu'à la fin de l'alternance et ainsi de suite jusqu'au désamorçage de l'arc.



(1) Alimentation

(2) Contacteur

(3) Alternostat

(4) Bobine de limitation de courant

(5) Transformateur H.T.

(6) Pont redresseur

(7) Relais de surintensité

(8) Détecteur d'arcs

(9) Thyristors

(10) Circuit de déclenchement des thyristors

Figure 7 : Schéma de principe du générateur

RAPPELS BIBLIOGRAPHIQUES SUR LES DECHARGES

Le phénomène de décharge dans un gaz a été étudié depuis longtemps et a donné lieu à de nombreuses applications. La théorie en est très complexe : les paramètres sont très nombreux et, même avec des hypothèses simplificatrices, il est difficile d'établir entre ces divers paramètres une relation quantitative qui soit parfaitement représentative.

II.1 - Rapports sur les décharges dans un gaz à basse pression.

D'après la caractéristique tension-courant à pression constante de la figure 1, aucun courant n'apparaît pour des tensions inférieures à la tension d'amorçage V_g . En réalité, il existe un très faible courant et la caractéristique tracée à l'échelle semi-logarithmique (Figure 8) fait apparaître d'autres régimes de décharge qu'il est nécessaire de décrire, même de façon succincte, pour comprendre les mécanismes qui régissent les différents types d'ionisation des gaz. ⁽³⁾

II.1.1 - Régime de décharges non autonomes.

La zone AB de la figure 8 correspond à une décharge non visible à l'oeil nu. Elle est due uniquement à des agents ionisants extérieurs (notamment les agents ionisants naturels : rayonnement cosmique, lumière, rayons X, etc...). D'où son nom de décharge non autonome.

L'intensité (très faible) du courant qui apparaît dépend de l'intensité du rayonnement extérieur et du champ électrique créé entre les électrodes. Elle dépend aussi de la recombinaison des ions formés avec les atomes du gaz.

A partir d'une certaine valeur du champ, le courant n'augmente plus. Il y a saturation : l'effet de recombinaison des ions limite leur vitesse ainsi que celle des électrons (partie AB de la courbe 8).

Si l'on continue d'augmenter la tension V entre les électrodes (et donc le champ), pour $V = V_g$ (qui correspond au point B de la courbe et qui dépend de la distance interélectrodes), le courant dépasse brusquement la valeur de saturation (zone BC de la courbe 8). C'est la décharge de THOMSEND, obscure comme la précédente, provoquée par des agents ionisants extérieurs. Elle diffère de la

CARACTERISTIQUE TENSION-COURANT A PRESSION CONSTANCE

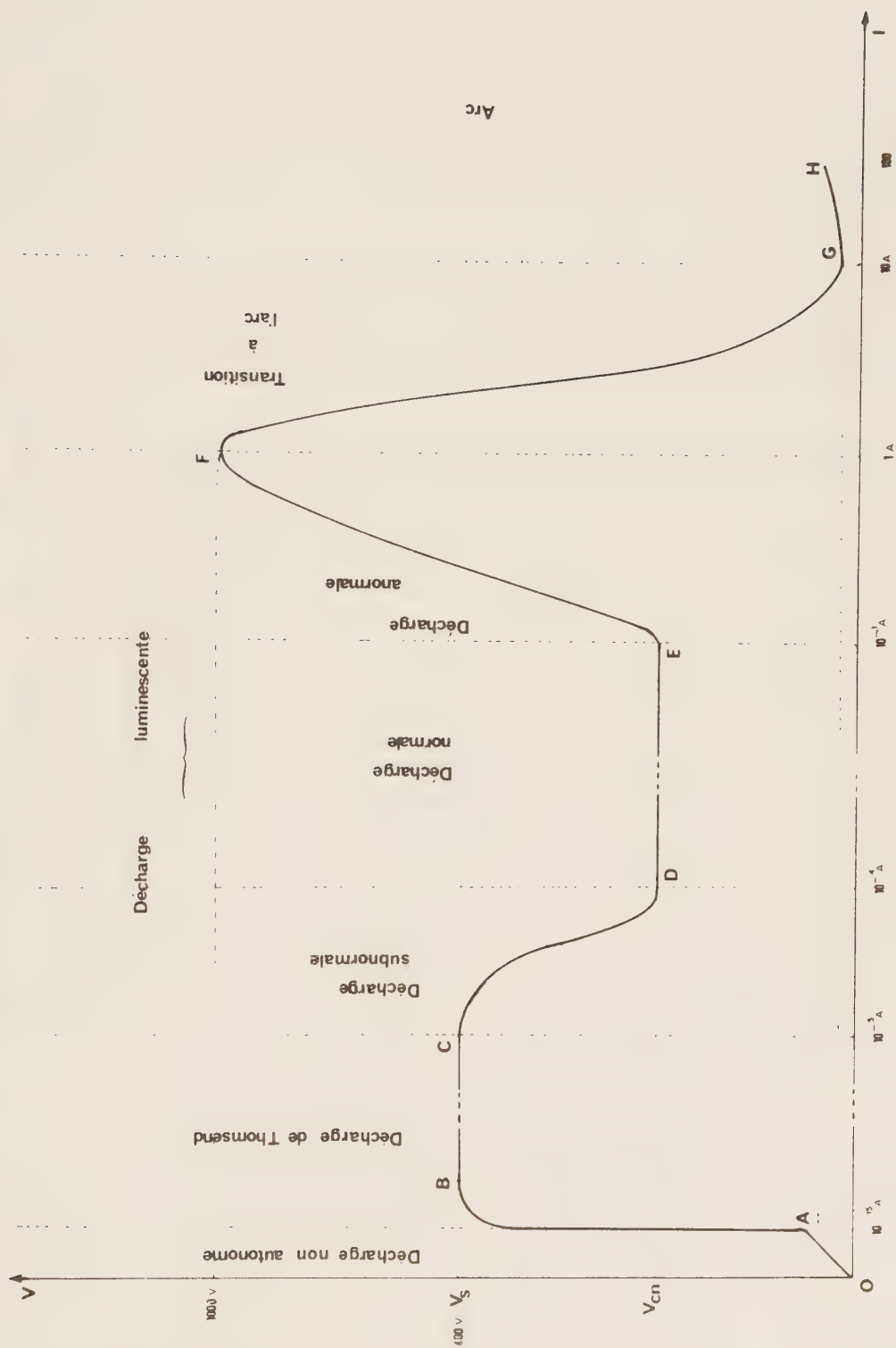


Figure 8

décharge autonome par le fait que le courant est dû en majeure partie à la multiplication électronique par chocs, qui n'apparaît pas pour des champs moins importants. C'est pourquoi on l'appelle aussi décharge semi-autonome.

II.1.2 - Amorçage de la décharge autonome.

A partir du point C sur la figure 8 commence la zone de décharge autonome, visible. Elle n'est plus provoquée par un rayonnement extérieur mais par des processus "internes". Ce sont les processus d'ionisation appelés "secondaires" qui, en fait, apparaissent faiblement dans la décharge de THOMSEND mais deviennent beaucoup plus importants et prépondérants à l'amorçage de la décharge autonome. Ils sont dits secondaires par rapport à la multiplication électronique par chocs ; les principaux sont :

- l'émission électronique secondaire de la cathode sous l'effet du bombardement par des ions positifs. Ce phénomène est caractérisé par le coefficient γ_i qui représente le nombre moyen d'électrons émis par la cathode par ion incident.
- l'émission photoélectrique de la cathode caractérisée par γ_f , nombre d'électrons émis par photon incident.
- l'émission électronique secondaire par des atomes métastables, des atomes neutres, etc...
- l'ionisation des atomes de gaz par collision avec les ions positifs caractérisée par le coefficient β , nombre d'ions produits par ion incident.

L'ensemble de ces phénomènes peut se caractériser par un seul coefficient γ qui dépend du champ E, de la pression p, de la nature du gaz et de la cathode.

Il y a amorçage de la décharge autonome lorsque ces processus "secondaires" dans la décharge de THOMSEND deviennent suffisants pour entretenir la décharge ; c'est à dire lorsque chaque électron issu de la cathode est remplacé par un autre électron sous l'effet de la multiplication électronique et des processus γ .

II.1.3 - Différents régimes de décharge autonome.

Nous avons déjà signalé au chapitre précédent les différents régimes de décharge autonome : décharge luminescente (normale et anormale) et décharge d'arc.

D'après la figure 8, on voit qu'il existe une zone de transition CD appelée décharge sunormale où la pente de la caractéristique est négative. Cette décharge luminescente n'est visible qu'avec une forte résistance en série dans le circuit de décharge. Le processus γ y est encore faible. L'effluve est concentrée

sur une partie très petite de la cathode (tache cathodique). Les pertes par diffusion des porteurs de charges sont très grandes. Elles diminuent de C en D, ce qui explique la pente négative.

Dans la partie DE (décharge normale), la tache cathodique s'élargit pour recouvrir, en E, toute la cathode. Le courant croît, à tension constante. En fait, la densité de courant reste constante.

A partir de E, dans la partie EF (décharge anormale), une augmentation de la tension fait croître la densité de courant : les processus γ et surtout le processus γ_1 (émission d'électrons sous l'effet du bombardement ionique) s'intensifient. Le courant total est proportionnel à l'aire de la cathode.

II.1.4 - Transition de l'arc et régime d'arc.

Dans la zone de décharge anormale EF, l'échauffement de la cathode provoque une émission thermoélectronique de celle-ci, de plus en plus importante quand on se déplace de E en F, au point F cette émission devient suffisante pour entretenir la décharge. Les processus γ jouant un rôle de plus en plus faible, la chute cathodique baisse. C'est la zone de transition de l'arc FG instable, qui dépend des pertes de chaleur de la cathode, de l'uniformité de sa surface etc.

En G, les processus γ sont négligeables. L'émission électronique de la cathode est uniquement d'origine thermique. C'est le régime d'arc proprement dit. La tension de maintien est très basse : elle correspond à l'énergie d'excitation ou à l'énergie d'ionisation du gaz. Le courant n'est limité que par la résistance interne du générateur. L'effluve, très lumineuse, est en général concentrée sur une petite surface de la cathode et y reste fixe.

Mais le régime d'arc peut aussi s'amorcer d'une autre façon : par effet de champ ; il peut en effet se créer localement ou sur l'ensemble de la cathode, un champ suffisant pour lui arracher des électrons. C'est ce qui se produit, par exemple, si la cathode est recouverte d'une fine couche isolante. Dans ce cas, l'effluve n'est généralement pas fixe comme précédemment, mais se déplace sur la surface de la cathode (arc "tournant"). Comme nous l'avons déjà signalé au chapitre précédent, ce type d'arc n'est pas décrit par la caractéristique de la figure 8.

II.2 - Décharge lumineuse.

II.2.1 - Différentes zones lumineuses⁽³⁾

La figure 9 décrit les différentes zones lumineuses qui apparaissent dans la décharge lumineuse. Elle indique en même temps la répartition du potentiel, du champ électrique, des charges d'espaces positive et négative et des densités de courant ionique et électronique.

On peut distinguer plusieurs zones :

a) Les espaces cathodiques où se produit la presque totalité de la chute de tension (zone de chute cathodique). Le champ électrique y est très intense et décroît jusqu'à la zone suivante. La charge d'espace est positive : la concentration électronique est pratiquement nulle. De même la densité de courant électronique est très faible.

Cette zone comprend plusieurs espaces :

- autour de la cathode, l'espace sombre d'ASTON dont l'épaisseur est très faible.

- la lueur cathodique, zone brillante également de faible épaisseur

- l'espace sombre cathodique beaucoup plus important dont l'épaisseur diminue lorsque la pression augmente.

b) La lueur négative, partie la plus brillante de la décharge, qui a un bord très net vers l'espace sombre cathodique. Sa couleur est caractéristique pour chaque gaz.

Le champ est pratiquement nul ainsi que la charge d'espace. La densité de courant ionique est très inférieure à la densité électronique.

c) L'espace sombre de FARADAY plus large que la lueur négative. La luminosité y est très faible. Le potentiel est à peu près le même que dans la zone précédente. La densité de charge y est nulle et les concentrations électronique et ionique sont très faibles.

d) La colonne positive qui constitue le plasma de la décharge et s'étend pratiquement jusqu'à l'anode. La limite avec l'espace précédent est très floue.

La colonne positive est brillante et sa couleur est aussi caractéristique du gaz. L'intensité lumineuse est, dans certains cas, constante. Mais il est très fréquent qu'elle soit formée d'une succession de zones lumineuses et de zones sombres : c'est la colonne stratifiée.

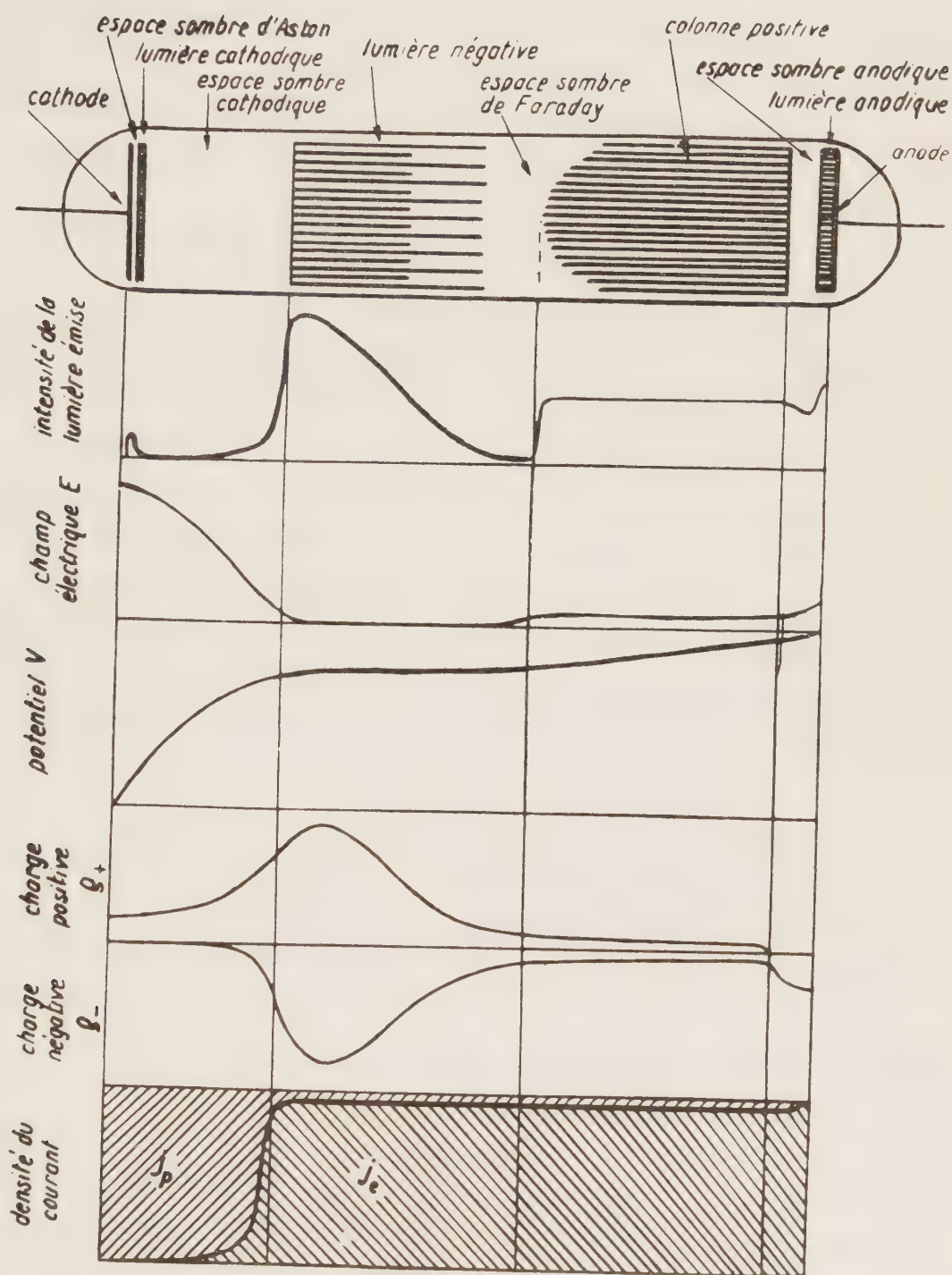


Figure 9 : Classification de la décharge lumineuse

La chute de tension est proportionnelle à la longueur de la colonne.

Le champ est légèrement positif et croît dans la direction de l'anode. La charge d'espace est quasi nulle. Les concentrations en ions et en électrons étant à peu près égales et très faibles comme dans l'espace précédent, la densité de courant électronique est aussi très supérieure à la densité ionique.

e) Les espaces anodiques dont l'épaisseur totale est très petite. Le potentiel croît ainsi que le champ et la concentration électronique. La charge d'espace est négative. La densité du courant ionique est pratiquement nulle.

On peut distinguer l'espace sombre anodique et la lueur anodique.

II.2.2 - Mécanisme de la décharge lumineuse.

Le mécanisme de la décharge est assez complexe et plusieurs processus ont été envisagés par différents auteurs. Nous donnons ci-après celui sur lequel semblent s'accorder les publications les plus récentes. (3), (4), (5)

Nous venons de voir qu'il régnait, au voisinage de la cathode, un champ électrique intense. Ce champ est dû à l'accumulation des ions devant la cathode et à la grande différence de masse et de vitesse entre les ions et les électrons.

Les électrons secondaires, émis par la cathode sous l'effet des processus γ décrits plus haut, sont rapidement accélérés par ce champ et forment un faisceau monocinétique. Sur un trajet très court (espace d'ASTON) ils acquièrent l'énergie correspondant à l'énergie d'excitation du gaz : c'est la zone de lueur cathodique.

Ils perdent cette énergie en excitant le gaz et sont de nouveau accélérés. Ils acquièrent une énergie beaucoup plus importante ; ils sont alors trop rapides pour exciter le gaz ; ce phénomène correspond à l'espace sombre cathodique. Les électrons atteignent, vers la fin de cet espace, une énergie correspondant à l'énergie d'ionisation.

La formation des ions engendre, dans la lueur négative, de nouveaux électrons (secondaires et ultimes) de niveaux d'énergie différents qui excitent le gaz et l'ionisent. Il existe donc une forte excitation et une forte ionisation dans la lueur négative. Tous les électrons ainsi formés perdent pratiquement toute leur énergie et atteignent l'espace de FARADAY dans un mouvement désordonné (d'où la limite floue entre les deux espaces) : ils ont alors une énergie insuffisante pour exciter le gaz.

Ils sont de nouveau légèrement accélérés dans l'espace de FARADAY (beaucoup plus long que l'espace sombre cathodique). Quand ils acquièrent à nouveau l'énergie d'excitation et d'ionisation, apparaît la colonne positive. Le champ y est faible : les concentrations en ions et en électrons sont à peu près égales. Dans la colonne stratifiée, les électrons sont accélérés, atteignant l'énergie d'excitation, puis perdent cette énergie et sont de nouveau accélérés. C'est ce qui explique la succession de zones obscures et brillantes.

Devant l'anode une charge d'espace négative se forme ; il existe donc une chute de potentiel, beaucoup plus faible que la chute cathodique.

La part essentielle dans l'entretien et le mécanisme de la décharge est due à la région comprise entre la cathode et la lueur négative (région voisine de la cathode). Ceci est mis en évidence par l'expérience suivante : on peut, en rapprochant les électrodes et en restant dans les mêmes conditions de pression et de tension, parvenir à faire disparaître la colonne positive et les espaces anodiques ; pendant ce temps, l'espace sombre cathodique et la lueur négative restent inchangés. Par contre, si on atteint la limite de la lueur négative (côté cathode), la décharge cesse.

II.3 - Paramètres de la décharge.

Les paramètres de la décharge sont très nombreux. Il existe entre eux une relation quantitative très difficile à établir. Nous étudierons le problème dans le cas d'une décharge entre deux électrodes planes et parallèles. Nous supposerons que toutes les grandeurs électriques en un point ne dépendent que de la distance à la cathode (problème à une dimension, régime stationnaire).

II 3.1 - Les paramètres principaux.

Ce sont :

- la chute cathodique notée V_c .

Si la tension entre les électrodes est V , on peut écrire :

$$V = V_c + V_p + V_a \quad (3)$$

où V_p est la chute de tension dans la colonne positive,
 V_a la chute anodique.

Des travaux (6) ont montré que V_p était proportionnelle à la longueur de la colonne. Le coefficient de proportionnalité dépend de la pression, de la densité de courant et de la nature du gaz.

Ainsi que nous l'avons décrit ci-dessus, en amenant l'anode dans la lueur négative on obtient pratiquement :

$$V = V_c$$

- la densité de courant j

A même pression et même tension, c'est la densité de courant qui intervient. Le courant est alors proportionnel à la surface de la cathode.

- la pression p du gaz.

- la nature du gaz : masse molaire, potentiel d'ionisation, composition dans le cas de mélange gazeux.

- la distance inter-électrodes. En fait, elle intervient dans les conditions d'amorçage et dans l'expression de la chute de tension de la colonne positive.

- la nature des électrodes.

- la température de la cathode.

- la forme de l'enceinte à décharge.

- etc...

II.3.2 - Relation quantitative entre les paramètres.

On peut, moyennant certaines hypothèses, établir une relation entre la chute cathodique, la densité de courant et la pression. ⁽³⁾

On suppose d'abord que, l'épaisseur d de l'espace sombre est inférieure ou égale au libre parcours moyen d'ionisation par chocs des électrons. Cela signifie que les électrons parcourent l'espace sombre sans ioniser le gaz et que les ions sont formés dans la lueur négative.

On suppose d'autre part que la densité de courant électronique à la cathode est négligeable devant la densité ionique (ce qui revient à négliger le coefficient γ , de l'ordre de 10^{-4} , devant l'unité).

On suppose enfin que la concentration électronique est, dans tout l'espace sombre, négligeable devant la concentration ionique.

On appellera :

- x la distance d'un point M à la cathode
- $E(x)$ le champ en ce point
- $V(x)$ le potentiel
- $j_p(x)$ la densité de courant ionique
- $j_e(x)$ la densité de courant électronique
- $v_p(x)$ la vitesse des ions
- $n_p(x)$ la concentration ionique
- $n_e(x)$ la concentration électronique
- e la charge de l'électron
- m_p la masse d'un ion
- j la densité de courant totale, qui, en régime stationnaire, ne dépend

pas de x .

- p la pression du gaz

On peut écrire, d'après les hypothèses ci-dessus :

$$j_e(0) = \gamma j_p(0) \ll j_p(0)$$

et donc :

$$j = j_p(0) + j_e(0) \approx j_p(0)$$

D'autre part, d'après la première hypothèse :

$$j_e(d) \approx 0$$

Dans ces conditions, dans tout l'espace sombre, on aura :

$$j_e \ll j_p$$

et donc : $j \approx j_p$

$$\text{d'où : } j = n_p v_p e$$

L'équation de POISSON conduit à :

$$\frac{dE}{dx} = 4\pi e (n_p - n_e) \approx 4\pi e n_p$$

$$= 4\pi e \frac{j}{e v_p}$$

$$= \frac{4\pi j}{v_p}$$

Or, pour des champs intenses, v_p est donnée par (3), (5)

$$v_p = K \left(\frac{E}{p} \right)^{1/2} \quad (4)$$

où K est le coefficient de mobilité des ions qui dépend de la masse des ions, du potentiel d'ionisation, etc...

On obtient donc l'équation différentielle :

$$\frac{dE}{dx} = \frac{4\pi j}{K \left(\frac{E}{p} \right)^{1/2}}$$

d'où l'on tire, en intégrant de 0 à d :

$$E = \left(\frac{6\pi j p}{K} \right)^{1/2} (d - x)^{2/3}$$

ou :

$$V = \frac{3}{5} \left(\frac{6\pi}{K} \right)^{2/3} j^{2/3} p^{1/3} (d - x)^{5/3}$$

en supposant que la tension entre les électrodes est pratiquement égale à V_c :

$$V_c = \frac{3}{5} \left(\frac{6\pi}{K} \right)^{2/3} j^{2/3} p^{1/3} d^{5/3}$$

ou :

$$j = C V_c^{3/2} p^{-1/2} d^{-5/2}$$

ce qui s'écrit sous la forme :

$$j = C V_c^{3/2} p^2 (pd)^{-5/2} \quad (5)$$

Le produit pd ne dépend que de la chute cathodique V_c (5). Pour le régime de décharge anormale et pour des tensions suffisantes, on peut considérer que pd est pratiquement constant et ne dépend que de la nature du métal composant la cathode et la nature du gaz.

On peut donc écrire :

$$j = C_1 V_c^{3/2} p^2 \quad (6)$$

où C_1 est une constante qui dépend du gaz (masse atomique, potentiel d'ionisation) et du métal composant la cathode.

Cette expression n'est qu'approchée. En particulier la pression p qui y intervient est la pression du gaz ramenée à une certaine température de la cathode. En fait, c'est plus exactement la densité de m^ôles, au voisinage de la cathode, qui intervient.

D'autre part, nous avons fait les calculs dans le cas d'électrodes planes et parallèles. Si elles sont de forme quelconque, la répartition du champ et du potentiel est modifiée et le problème devient un problème à trois dimensions, beaucoup plus complexe.

Enfin, les calculs que nous avons faits ne sont valables que dans le cas d'une seule espèce d'ions. S'il s'agit d'un gaz pouvant donner plusieurs sortes d'ions, ou s'il s'agit d'un mélange gazeux, le calcul est aussi plus complexe.

II.4 - Phénomènes particuliers.

II.4.1 - Pulvérisation cathodique.

.....

Sous l'effet du bombardement par des ions dont l'énergie est de l'ordre de plusieurs dizaines d'électrons-volts, les ions métalliques peuvent être éjectés de la cathode. Nous avons déjà signalé ce phénomène bien connu de pulvérisation cathodique.

A haute pression, une grande partie des ions métalliques éjectés retombent sur la cathode car le libre parcours moyen de ces ions lourds est faible.

A plus basse pression, par contre, les ions peuvent être éjectés à des distances de l'ordre de l'épaisseur de l'espace sombre cathodique, qui peut atteindre plusieurs centimètres pour des pressions inférieures ou égales à 10^{-3} torr. Cette propriété est utilisée pour réaliser des dépôts métalliques sur des substrats isolés des électrodes (technique du "sputtering").

II.4.2 - Effet de cathode creuse.

.....

Lorsque la cathode est concave, ou lorsqu'elle est formée de deux plans parallèles ou encore si elle contient des trous, on peut constater une forte augmentation du courant de décharge.

Ce phénomène se produit lorsque la distance entre les plans parallèles ou le diamètre du trou est voisin du double de l'épaisseur de l'espace sombre. Il y a alors focalisation des électrons émis par la cathode. Il s'ensuit un accroissement local de l'ionisation dans la lueur négative par l'intensification des processus en même temps qu'une diminution de l'espace sombre. Ce phénomène

se traduit par un échauffement local de la cathode beaucoup plus important et un risque de détérioration (amorçage d'un arc par émission thermoélectronique).

II.4.3 - Influence des impuretés.

L'état de surface de la cathode peut influencer considérablement les paramètres de la décharge, en modifiant les processus γ . Une impureté sur la cathode (par exemple une trace d'oxyde) peut provoquer l'amorçage d'un arc par effet de champ (paragraphe II.1.4).

II.5 - Etudes antérieures du régime de décharge.

De nombreuses études pratiques sur l'influence des paramètres des décharges de haute intensité ont été réalisées, principalement en Allemagne.

Nous ferons un rapide exposé de deux de ces publications qui nous paraissent les plus intéressantes.

II.5.1 - Etude des caractéristiques p, V, j ; lois empiriques.

J. KOELBEL ⁽⁷⁾ a relevé les caractéristiques "chute cathodique densité de courant" à pression constante et "densité de courant pression" à tension constante dans différents gaz (H_2, N_2, Ar, NH_3, CO_2 et air).

Il a distingué deux sortes de caractéristiques : les caractéristiques "statiques" relevées lorsque l'équilibre thermique est établi, et les caractéristiques "dynamiques" relevées pendant l'établissement de cet équilibre. Parmi ces dernières, il a aussi distingué deux types de courbes : les "dynamiques stationnaires" enregistrées à l'oscillographe toutes les demi-alternances, l'alimentation étant une tension redressée double alternance, et, d'autre part, les "dynamiques instantanées" relevées sur l'oscillographe en n'amorçant la décharge que pendant 10 ms, c'est-à-dire en alimentant les électrodes par des impulsions de tension.

C'est sur ces dernières qu'il a fait une étude quantitative car elles présentent un caractère plus général que les précédentes. Elles sont en effet reproductibles puisqu'elles ne dépendent pas de l'équilibre thermique qui s'établit dans l'enceinte.

Il en a tiré des lois empiriques qui correspondent à peu près à la relation établie ci-dessus (3), c'est-à-dire que l'on peut écrire :

$$j = K V_c^{\alpha} p^{\beta}$$

avec $\alpha \approx 1,5$ et $\beta \approx 2$ K étant une constante qui dépend du gaz

Si ces caractéristiques ont un intérêt général, ce sont les caractéristiques "statiques" dont l'étude est nécessaire pour pouvoir contrôler les paramètres de la décharge et donc, par là même, les traitements superficiels de la cathode.

II.5.2 - Décharge lumineuse à l'intérieur d'un tube.

STRACK ⁽⁸⁾ a essayé de résoudre les difficultés que l'on rencontre lorsqu'on essaie de produire une décharge homogène à l'intérieur d'un tube.

Il peut en effet se produire un effet de cathode creuse (paragraphe II.4.2-). Si la hauteur du tube est trop grande, la densité de courant n'est pas homogène (ni par conséquent la température) et il peut même se produire une disparition de la décharge à l'intérieur du tube.

Pour résoudre ces problèmes, STRACK a été amené à faire une étude de l'influence de la température sur la pression, la densité de courant, l'influence de la nature du gaz sur la température moyenne, l'influence du débit sur la répartition de température, ect...

Bien qu'il s'agisse d'une forme de cathode relativement particulière, ces études ont un intérêt très général. Ainsi, STRACK montre qu'une relation quantitative entre la température et les principaux paramètres de la décharge (p, V, j) est très difficile à établir, et dépend essentiellement de la forme de la cathode, de l'enceinte, etc...

CHAPITRE III

RESULTATS EXPERIMENTAUX

A l'aide du générateur et dans l'enceinte que nous avons décrits, nous avons étudié la décharge dans trois gaz : l'ammoniac, l'azote et l'hydrogène et, en particulier, l'influence des principaux paramètres (pression, tension, densité de courant, température, nature du gaz, nature de la cathode, forme de la cathode et géométrie de l'enceinte...). A l'aide des résultats que nous avons obtenus, nous avons essayé de tirer quelques conclusions quant aux relations entre ces divers paramètres.

III.1 - Généralités.

III.1.1 - Description d'une expérience.

La nature du gaz est un des principaux paramètres de la décharge. Pour étudier avec précision son influence, il est nécessaire d'éliminer au maximum les traces d'oxygène. On réalise dans l'enceinte, avant d'amorcer la décharge, un vide initial de 10^{-2} Torr ou même, pour certains traitements un vide secondaire de 10^{-5} Torr. On effectue ensuite un ou plusieurs "balayages" à l'aide d'azote ou d'argon, puis un nouveau vide de 10^{-2} Torr.

On amorce la décharge à une pression d'environ 10^{-1} Torr. Si la surface de la cathode n'est pas bien propre, on effectue, pendant un certain temps, un "décapage" ionique sous une tension de 1500 V. Le phénomène de pulvérisation cathodique décape la surface de la cathode.

On introduit ensuite le gaz à la pression de traitement et on fixe la tension. La cathode s'échauffe jusqu'à ce que l'équilibre thermique soit atteint.

Au-delà d'une certaine pression, qui dépend du gaz et de la forme de la cathode, il arrive que la décharge ne soit plus homogène sur la surface de la cathode. Cet inconvénient peut être évité, dans une certaine mesure, en reliant l'anode à la masse, c'est-à-dire en utilisant le manchon réflecteur comme anode. Cette constatation importante a été utilisée dans la conception de l'installation de dimension industrielle.

III.1.2 - Remarque sur la stabilité.

.....

La décharge est très instable pendant la montée en température surtout si la surface de la cathode n'est pas "propre" chimiquement. Jusqu'à 200°C, du fait du dégazage de la cathode, il se produit des arcs par effet de champ. Le système de coupure d'arc permet de les désamorcer avant qu'ils ne puissent détériorer la cathode.

L'expérience nous a montré que lorsque l'équilibre thermique est établi, la température, ne varie pratiquement pas. Ainsi, nous avons réalisé des traitements de 48 heures d'affilée pendant lesquels la variation de la température n'a pas dépassé 5°C.

Nous n'avons, d'autre part, jamais constaté d'amorçage d'arc par effet thermoélectronique. Il semble donc que la valeur de l'impédance Z (définie au paragraphe I.3). choisie arbitrairement soit suffisante.

III.1.3 - Forme de l'intensité et de la tension.

.....

Nous avons relevé à l'oscillographe les courbes tension (v) et intensité de courant (i) en fonction du temps. Elles sont données sur la planche photo n° 1.

De 0 à V_1 , tension d'amorçage, la tension v est égale à la f.e.m. à vide e du générateur et le courant est nul.

Quand v atteint la valeur V_2 , tension de désamorçage, inférieure à V_1 , le courant s'annule de nouveau.

Pour chaque demi-alternance, le courant s'annule pendant un certain temps qui dépend de V_1 et V_2 .

Nous avons aussi relevé, à l'oscillographe, la caractéristique i en fonction de v (planche photo n° 1).

On y retrouve les tensions V_1 et V_2 . Pendant le demi-alternance, la courbe est parcourue deux fois.

III.2 - Etude des caractéristiques statiques pression-tension-densité de courant.

III.2.1 - Mesures.

Nous avons déterminé les caractéristiques "statiques" (voir chapitre II) tension-courant à pression constante, c'est-à-dire les valeurs moyennes de la tension et du courant lorsque l'équilibre thermique est établi.

Nous avons, pour chaque série de mesures et pour chaque gaz, utilisé la même cathode : une demi-sphère en acier de surface égale à 47 cm^2 .

Elle est placée (figure 10) sur la cathode support 2. En plus du tube de protection en alumine du passage de courant, nous avons placé un autre tube 3 de diamètre égal à celui du support et à celui de la demi-sphère. De

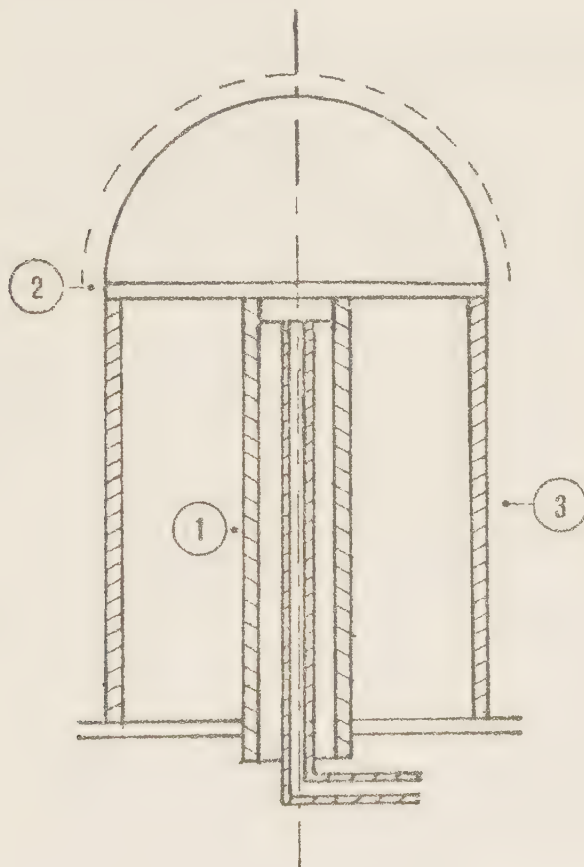


Figure 10

de cette façon, la décharge ne s'amorce qu'à l'extérieur du tube 3. On sait ainsi que la surface de décharge est égale à environ 47 cm^2 . En fait, la précision est limitée ; en effet, au cours de la manipulation, et du fait de la pulvérisation cathodique, la décharge peut s'amorcer sur la partie du tube 3 recouverte de métal pulvérisé. Cela modifie donc la surface de décharge.

III.2.2 - Précision des mesures.

- Mesure de tension.

Pour mesurer la chute cathodique, on place l'anode le plus près possible de la cathode. Nous avons vu en effet que la majeure partie de la chute de tension se produisait dans l'espace sombre cathodique et qu'il suffisait, pour maintenir la décharge, de placer l'anode à la limite de cet espace sombre. Aux pressions de 1 à 12 Torr, son épaisseur varie d'environ 2 mm à quelques dixièmes de millimètres. La chute de tension dans la colonne positive, qui dépend de la pression et de la densité de courant, est de l'ordre de quelques volts par centimètre.

On peut donc considérer que l'erreur sur la valeur de la chute cathodique est au maximum de ± 10 V.

- Mesure de courant.

La précision de lecture sur l'intensité de courant est de ± 5 mA. L'erreur sur la densité est, si S désigne la surface de décharge, :

$$\frac{\Delta j}{j} = \frac{\Delta I}{I} + \frac{\Delta S}{S}$$

On peut estimer l'erreur sur la surface à $0,5 \text{ cm}^2$.

On prendra pour Δj la valeur

$$\Delta j = 0,1 \text{ mA/cm}^2$$

- Mesure de puissance.

L'erreur sur la mesure de puissance est :

$$\Delta P = I \Delta V + V \Delta I$$

soit :

$$\Delta P = 10 I + 0,005 V$$

- Mesure de température.

La lecture sur le potentiomètre donne une grande précision mais la mesure par thermocouple est relativement imprécise. En effet, d'une part on ne mesure pas exactement la température de la surface de la cathode. D'autre part, le thermocouple est placé dans une gaine d'alumine. Nous considérons que l'erreur sur la température est au maximum $\pm 10^{\circ}\text{C}$, bien que la reproductibilité des résultats nous laisse penser que l'incertitude est, en fait, inférieure.

- Mesure de pression : la précision de la mesure de pression est de $\pm 0,1 \text{ T}$.

III.2.3 - Caractéristiques tension-densité de courant à pression constante.
.....

- Dans l'ammoniac

Nous avons tracé les courbes $V(j)$ à pression constante dans une gamme de 1 à 12 T (pression au-delà de laquelle la décharge n'est plus homogène) et dans une gamme de tension de 400 à 1000 V. Nous n'avons pas dépassé la température de 950°C .

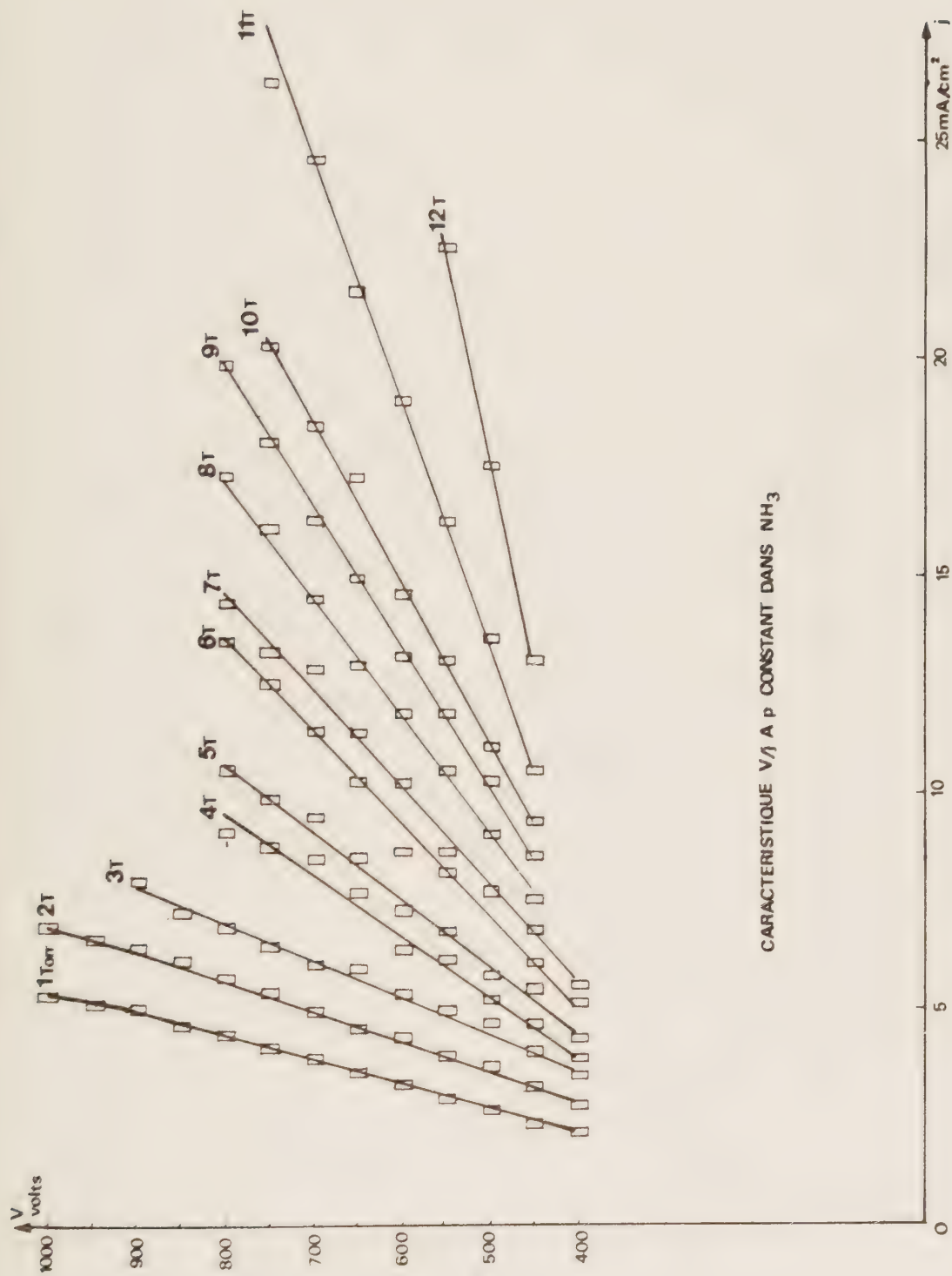
On voit (figure 11 a) que les courbes obtenues sont très voisines de droites dont la pente diminue lorsque la pression augmente. Pour les pressions de 1 à 2 T, il semble que, pour les tensions supérieures à 900 V, les courbes soient toujours des droites, mais de pente légèrement plus grande.

- Dans l'azote (figure 11 b)

Les caractéristiques pour les pressions de 1, 2, et 3 T sont aussi des droites. A plus haute pression, on distingue deux parties que l'on peut assimiler à des droites.

- Dans l'hydrogène (figure 11 c)

Nous avons tracé les caractéristiques de 1 à 7 T. Comme pour l'azote, les courbes obtenues sont assimilables à des droites aux pressions de 1 et 2 T. Au delà, on peut aussi considérer qu'elles se décomposent en deux parties rectilignes dont les pentes respectives croissent avec la pression.



CARACTERISTIQUE V/j A p CONSTANT DANS NH_3

Figure 11 a

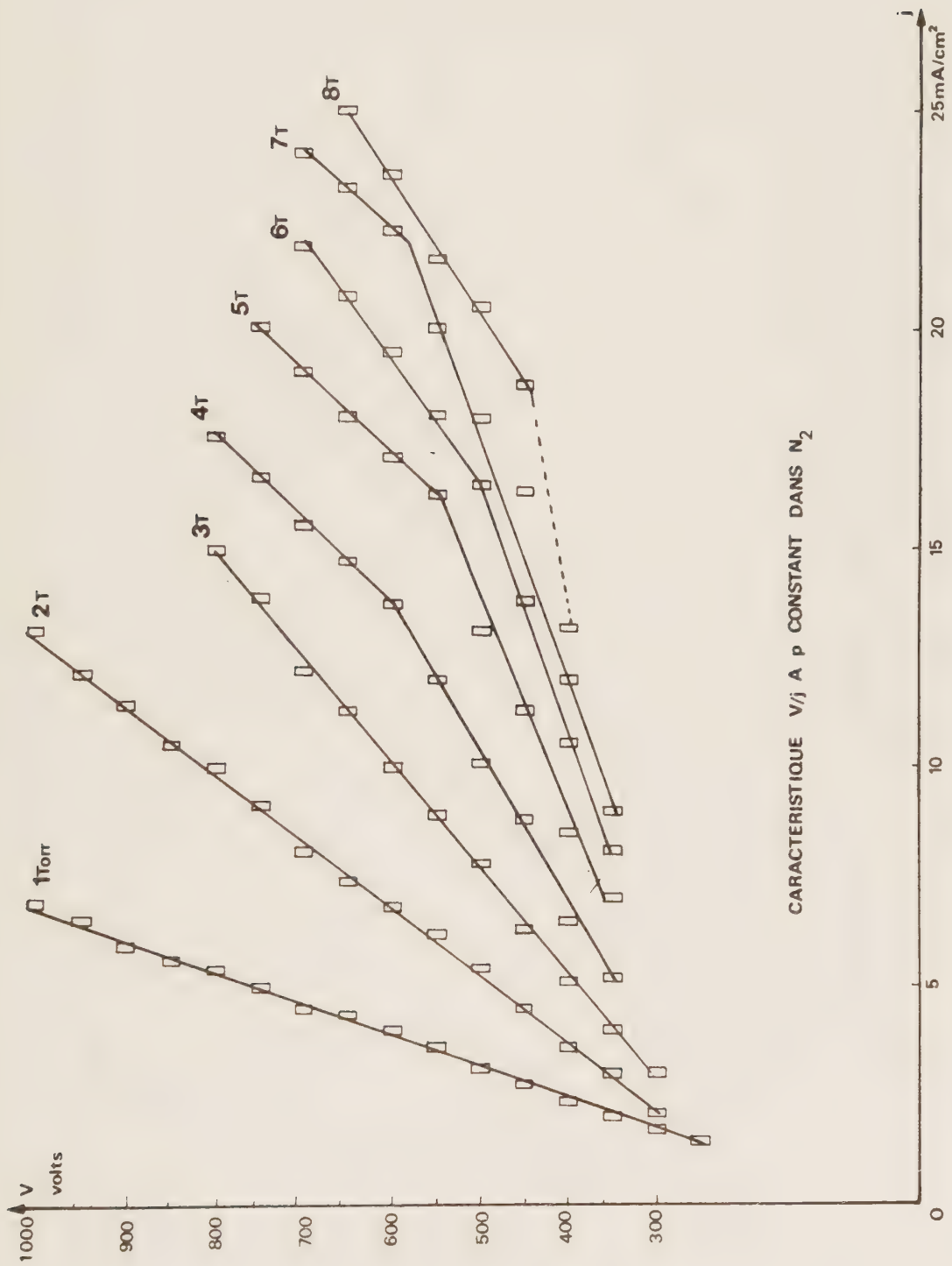


Figure 11 b

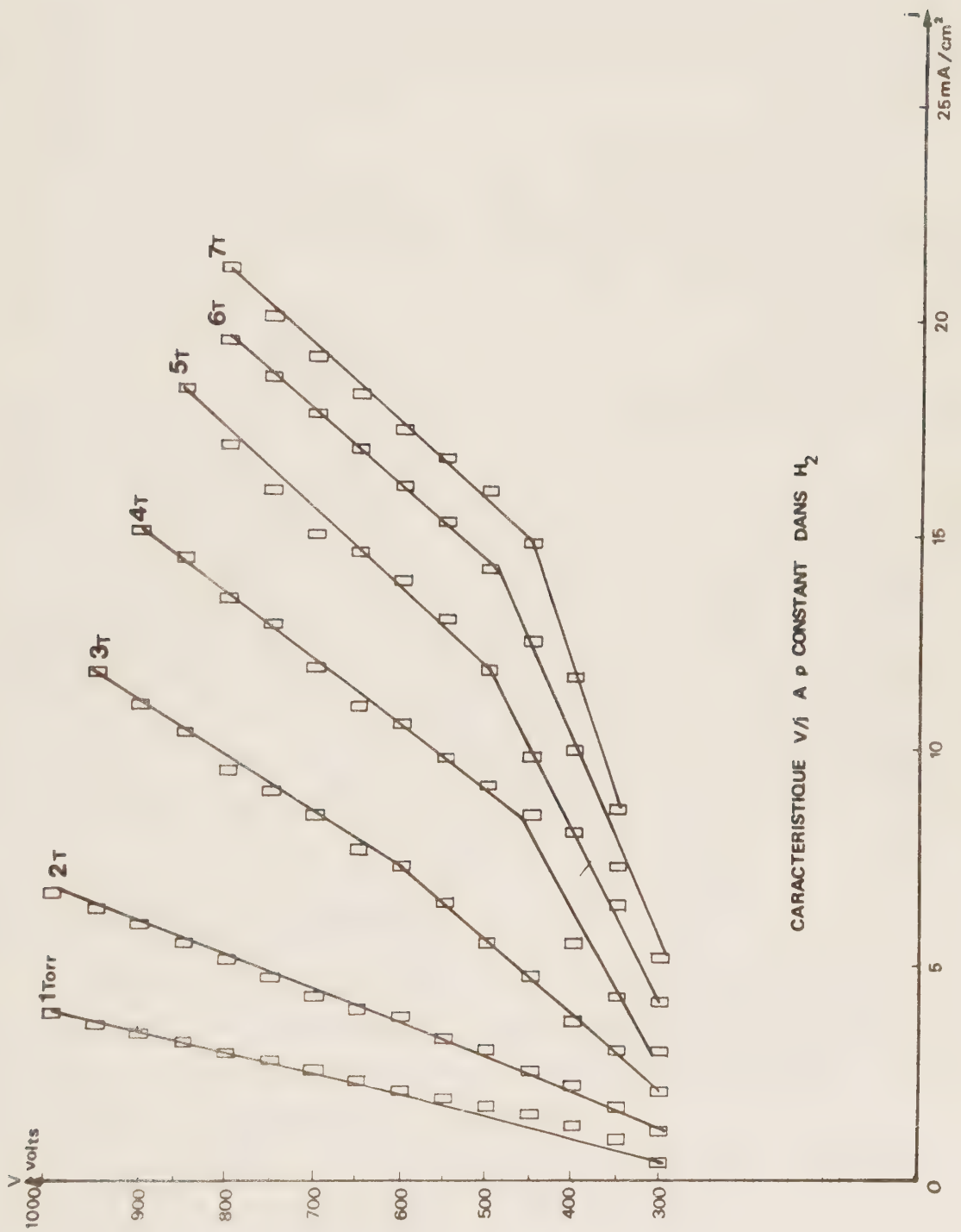


Figure 11 c

III.2.4 - Caractéristiques densité de courant-pression à tension constante.

Nous les avons tracées à partir des mêmes résultats que les précédentes.

- Dans l'ammoniac (figure 12 a)

De 400 à 600 V, elles ont toutes une forme semblable : la densité de courant croît avec la pression ainsi que la pente des caractéristiques : faiblement jusqu'à 10 T et beaucoup plus au-delà de 10 T.

- Dans l'azote (figure 12 b)

Ce sont des courbes de même type que dans l'ammoniac jusqu'à 6 T. Mais au-delà de 6 T, la pente décroît avec la pression : les courbes ont un point d'inflexion.

- Dans l'hydrogène (figure 12 c)

C'est le même type de courbe que dans l'azote mais le point d'inflexion se situe entre 3 et 4 T.

III.2.5 - Comparaison entre les trois gaz.

La comparaison entre les trois gaz montre que, aux pressions supérieures à 2 T, la densité de courant est, à tension égale et pression égale, plus forte dans l'azote, puis dans l'hydrogène et enfin dans l'ammoniac. Or, le potentiel de première ionisation le plus faible est celui de l'ammoniac (11,1 V) celui de l'hydrogène est de 15,4 et celui de l'azote 16,7. Il ne semble donc pas, à partir de nos résultats, qu'il y ait une relation simple entre le potentiel d'ionisation et les caractéristiques macroscopiques de la décharge.

III.3 - Influence de la température.

La température à laquelle est portée la cathode sous l'effet du bombardement ionique dépend des paramètres de la décharge (pression, tension, densité de courant) et des pertes thermiques. Celles-ci dépendent elles-mêmes de la géométrie de l'enceinte et des pièces qui forment la cathode.

Mais, d'autre part, la température influe elle-même sur les autres paramètres. Par exemple, dans une décharge dans l'azote, sous une pression de deux Torr, nous avons relevé un courant de 1 A, à la mise sous tension de 500 V. Lorsque l'équilibre thermique est atteint à la température de 500°C, pour la même tension de 500 V, le courant n'est plus que de 255 mA.

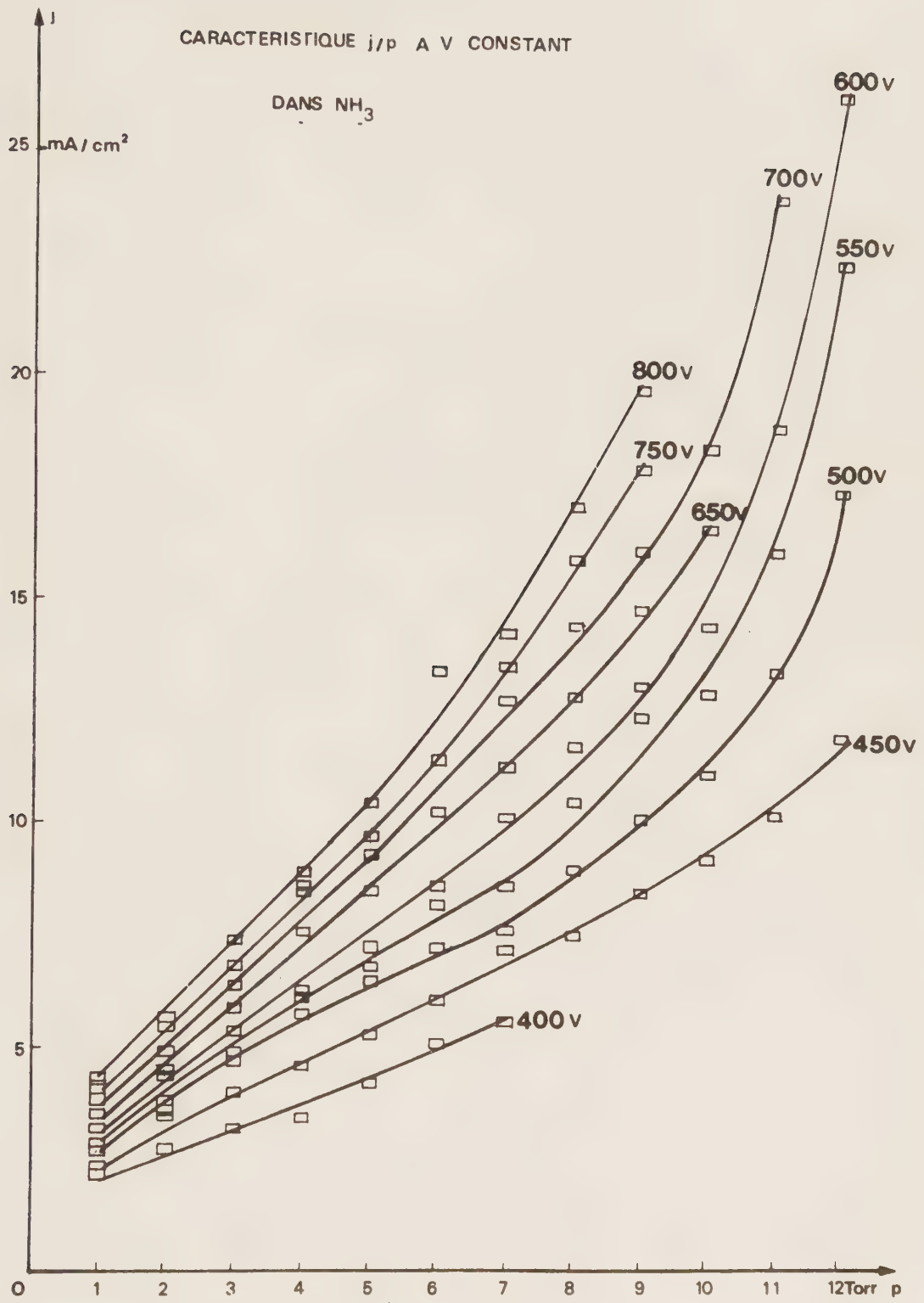


Figure 12 a

CARACTERISTIQUE $j(p)$ A V CONSTANT

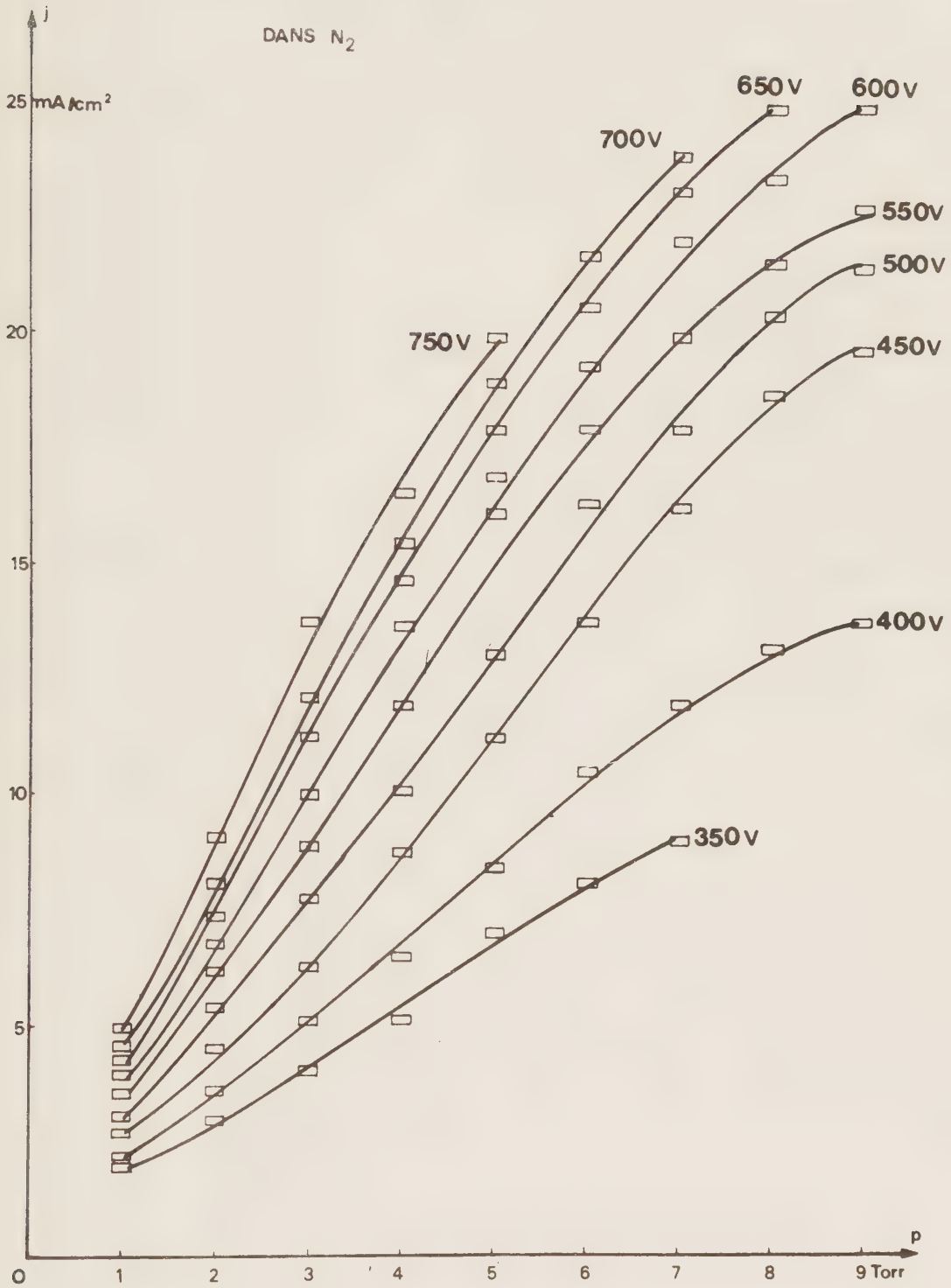


Figure 12 b

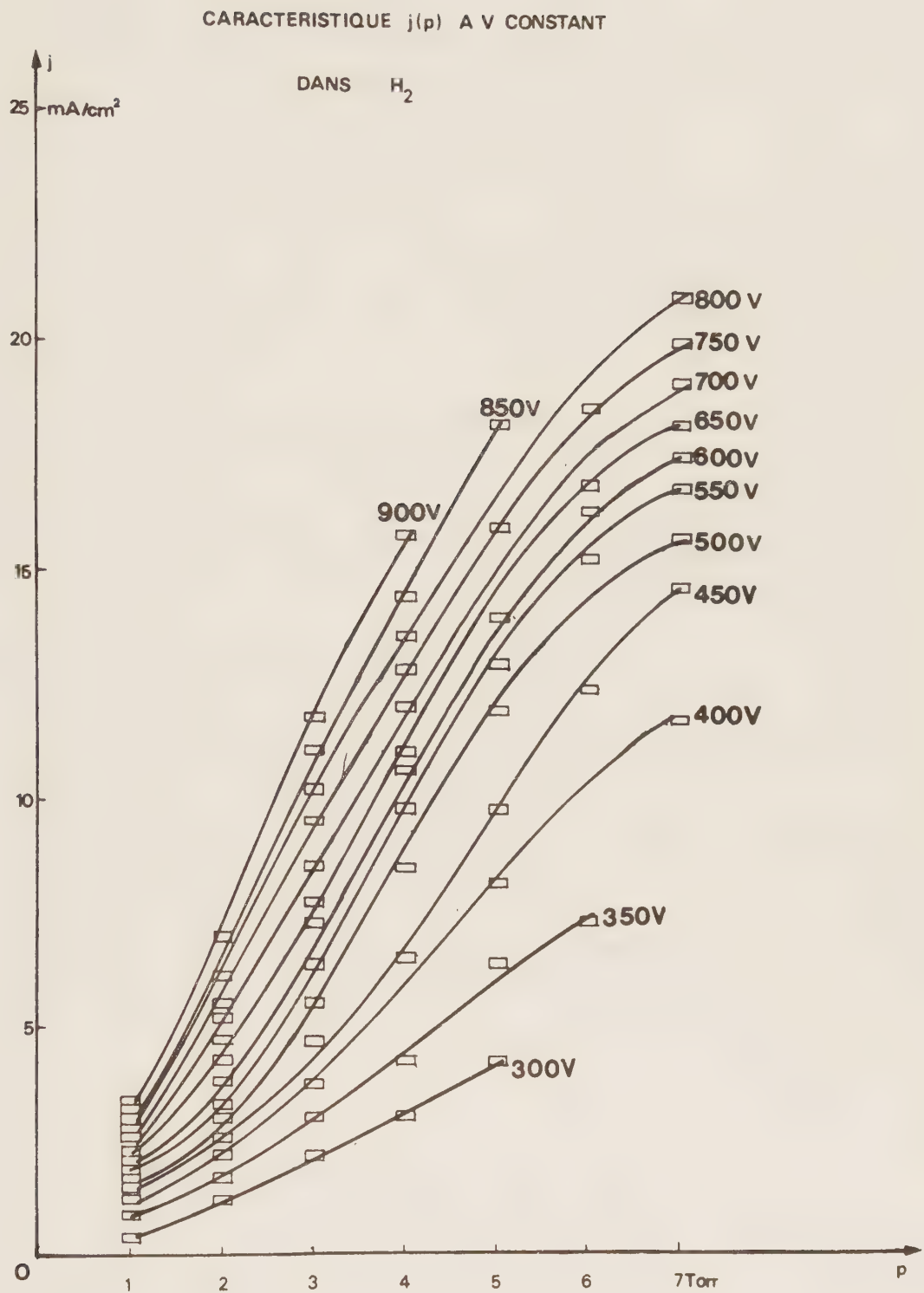


Figure 12 c

A l'équilibre, la puissance fournie à la cathode sert à compenser les pertes thermiques. Or, la puissance fournie est VI (V et I étant respectivement la tension et l'intensité moyennes) où I dépend de V , de la température T et de la pression p .

Les pertes thermiques dépendent elles aussi de la température d'équilibre T . A l'équilibre, si on appelle $P(T)$ les pertes thermiques, le bilan énergétique s'écrit :

$$P(T) = V \times I(T, V, p) \quad (7)$$

Il existe donc une relation entre la tension et la température à pression constante et, de même, une relation entre la température et la pression à tension constante.

Mais les pertes $P(V)$ dépendent essentiellement de la forme et de la nature de la cathode et de la géométrie de l'enceinte.

La relation (7) et donc la relation $T(V)$ à p constant ne sont donc valables que pour une seule et même forme de cathode et dans une seule enceinte.

III.3.1 - Courbes tension-pression-température.

Nous avons tracé les courbes température-tension à pression constante dans les trois gaz déjà cités (figures 13-a, 13-b, 13-c).

Les courbes à pression constante ont toutes la même allure, mais elles ne permettent pas de déterminer une relation quantitative simple entre la température et la tension. Elles montrent que, comme l'on pouvait s'y attendre, la température croît avec la tension et que la pente des courbes diminue avec la tension (sauf dans le cas de l'ammoniac aux pressions supérieures à 9 T).

III.3.2 - Relation entre la puissance et la température.

Pour une cathode bien déterminée, les pertes thermiques dépendent de la température de la cathode. Il existe donc une relation entre la puissance fournie et la température.

A priori, on peut supposer que les pertes sont essentiellement dues au rayonnement de la cathode. En effet, les pertes par convection aux pressions de 1 à 10 Torrs sont très faibles et il n'y a pratiquement pas de pertes par conduction. Dans cette hypothèse, les pertes sont donc de la forme : ⁽⁹⁾

$$P \approx \alpha \sigma S (T^4 - T_0^4) \quad (8)$$

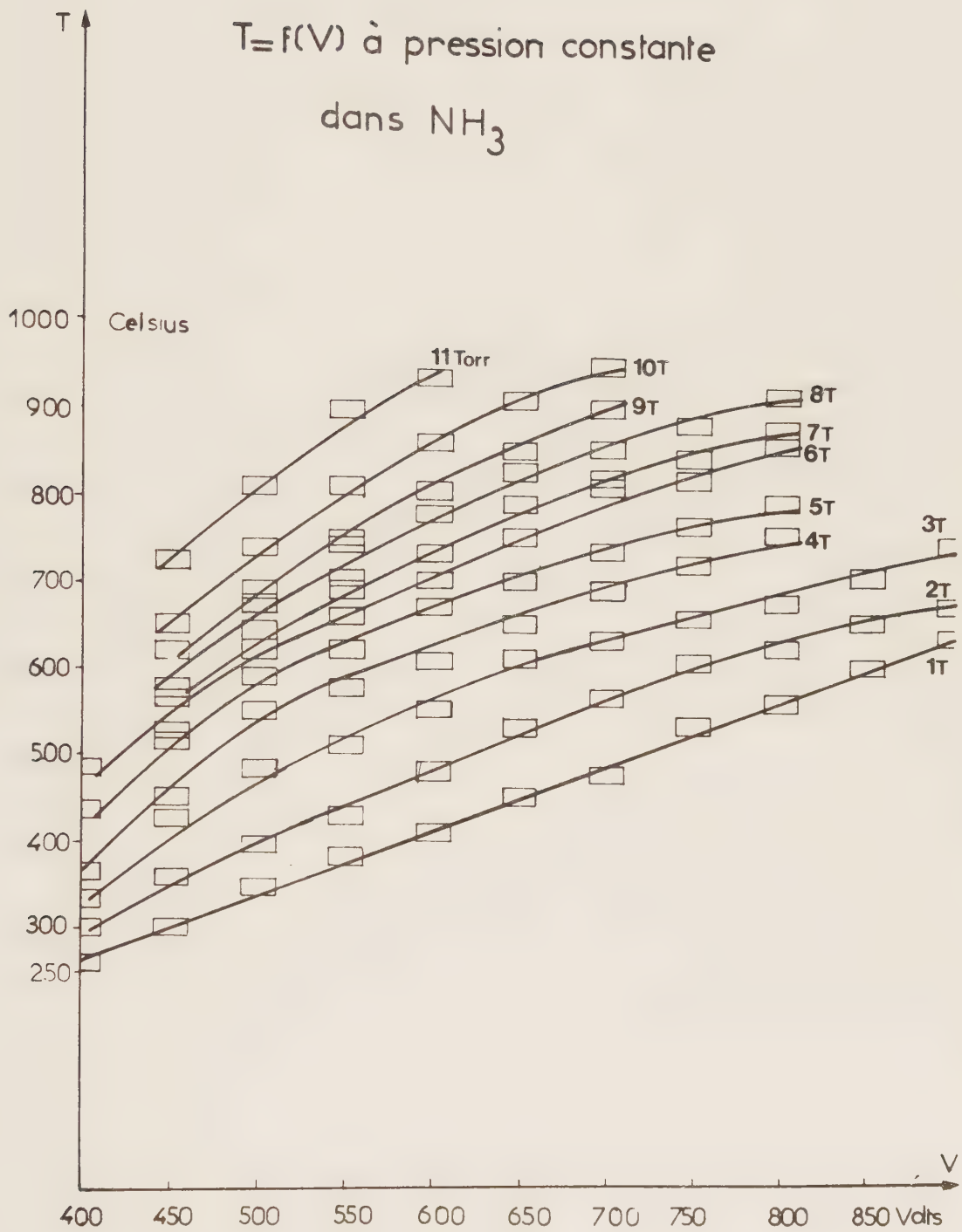


Figure 13 a

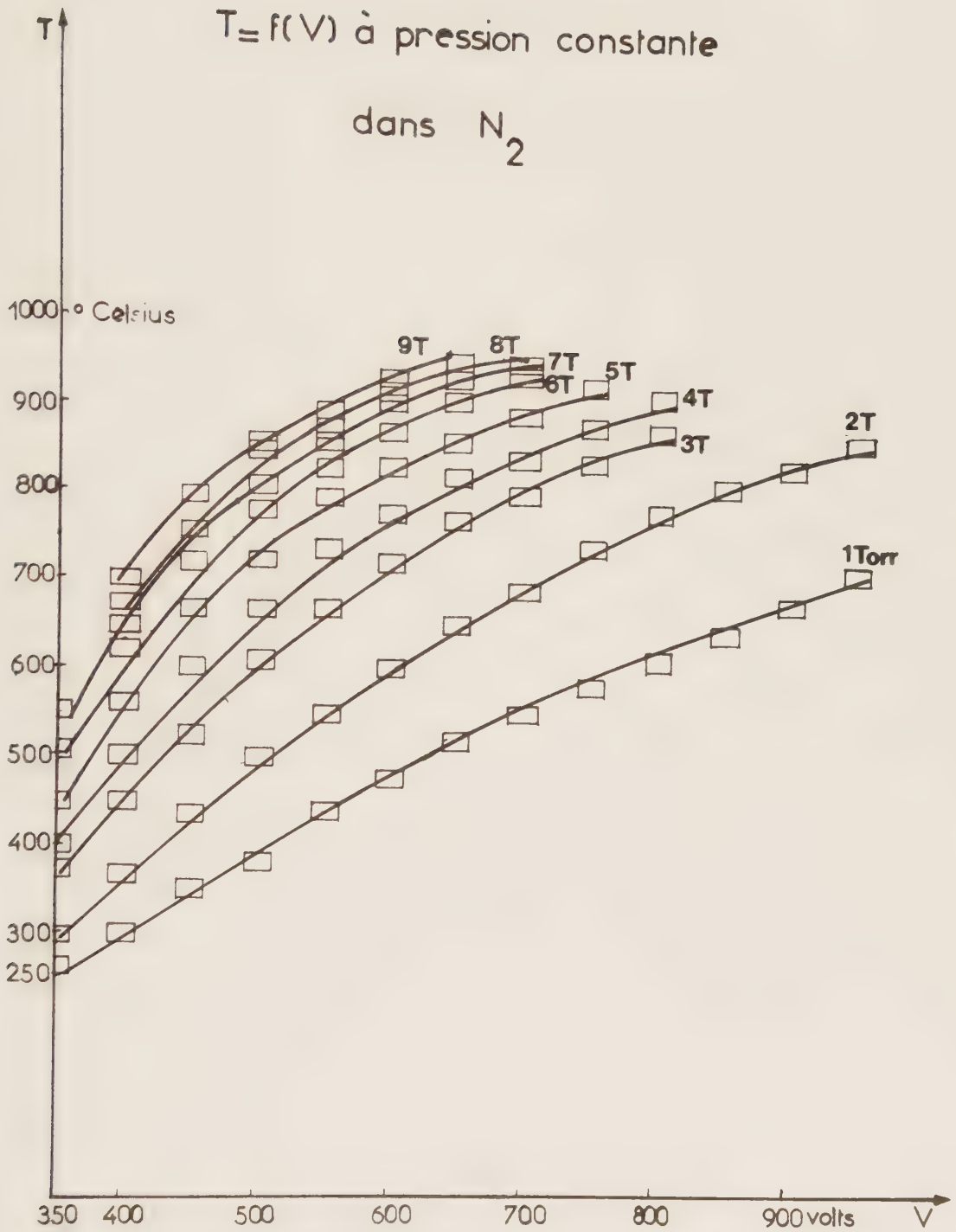


Figure 13 b

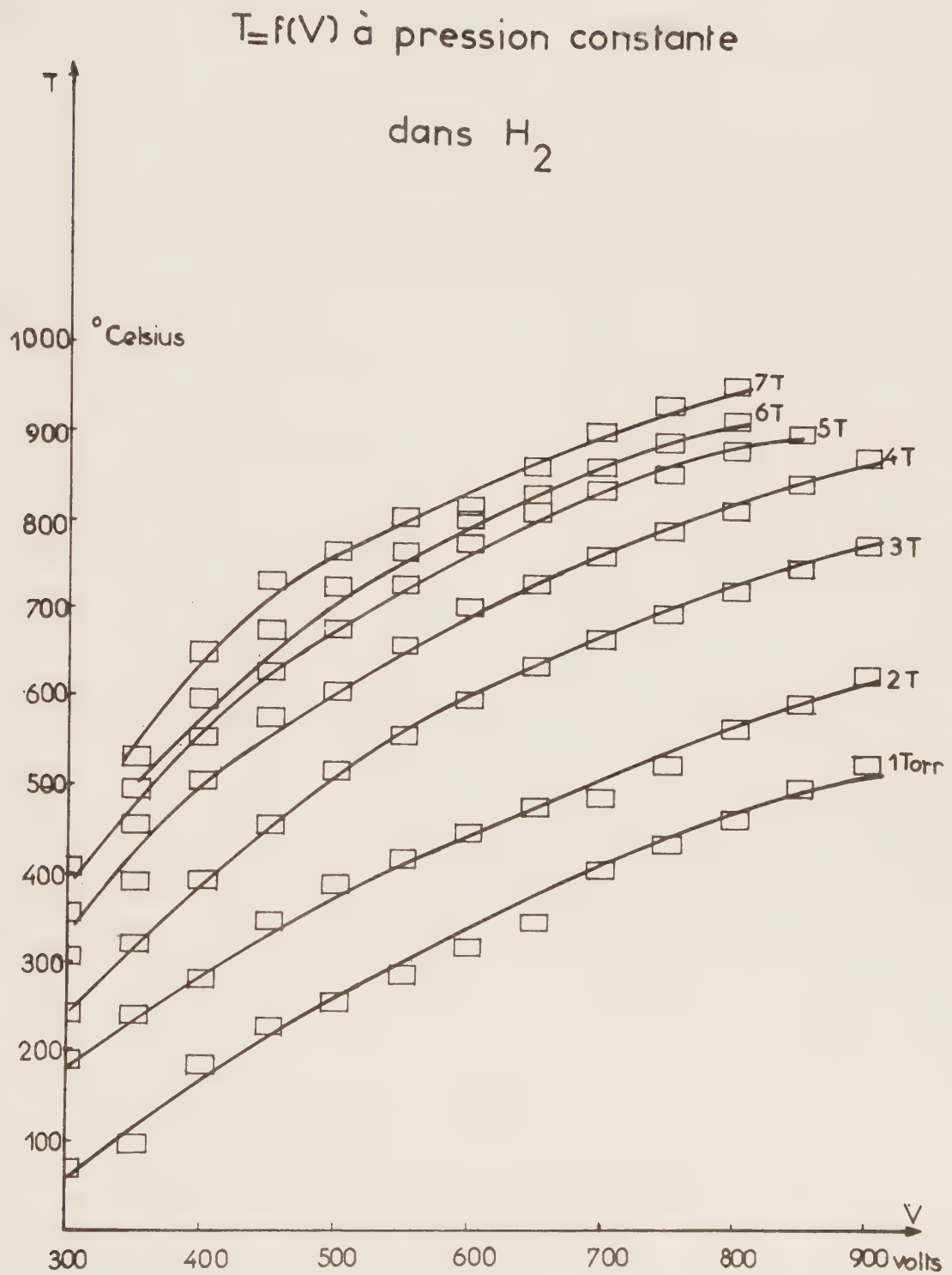


Figure 13 c

En désignant par :

- P, la quantité de chaleur par seconde en cal/sec.
- α , un coefficient, inférieur à 1, qui dépend de la nature de la cathode, de sa géométrie et de la géométrie de l'enceinte
- σ , la constante de BOLTZMANN égale à $1,35 \cdot 10^{-12}$ cal/sec/cm²/°K⁴
- S, la surface de la cathode en cm²
- T, la température de la cathode en degrés Kelvin
- T₀, la température de la paroi refroidie (on la supposera égale à 300°K).

Nous avons tracé la courbe donnant la puissance en fonction de la température dans l'ammoniac (figure 14-a). Puis nous avons tracé la courbe donnant la puissance en fonction de T⁴ (figure 14-b).

On obtient, à la précision des mesures près, une droite dont la pente est :

$$K = 75 \cdot 10^{-12} \text{ cal/sec/°K}^4$$

et l'ordonnée à l'origine correspond à :

$$T_0 = 300^\circ\text{K}.$$

Cela confirme donc l'hypothèse de pertes par rayonnement et on peut calculer le coefficient α à partir de la mesure de K.

La surface rayonnante est égale à la surface totale de la demi-sphère, c'est-à-dire à la surface de décharge 47 cm² augmentée de la surface de la base de la demi-sphère (sur laquelle il n'y a pas de décharge, mais qui rayonne de la chaleur). Celle-ci est égale à 19,75 cm². On a donc :

$$S = 66,75 \text{ cm}^2$$

et :

$$\alpha = \frac{75 \cdot 10^{-12}}{1,35 \cdot 10^{-12} \cdot 66,75} \approx 0,83$$

Ce coefficient paraît un peu élevé dans l'hypothèse de pertes par rayonnement de la cathode. En effet, on sait que d'après les lois de transfert de chaleur par rayonnement, α devrait être inférieure ou égal au coefficient d'émission thermique du métal constituant la cathode, qui est ici d'environ 0,5.

En fait, il existe vraisemblablement aussi des pertes par rayonnement dues au gaz, provenant de la zone de leur négative.

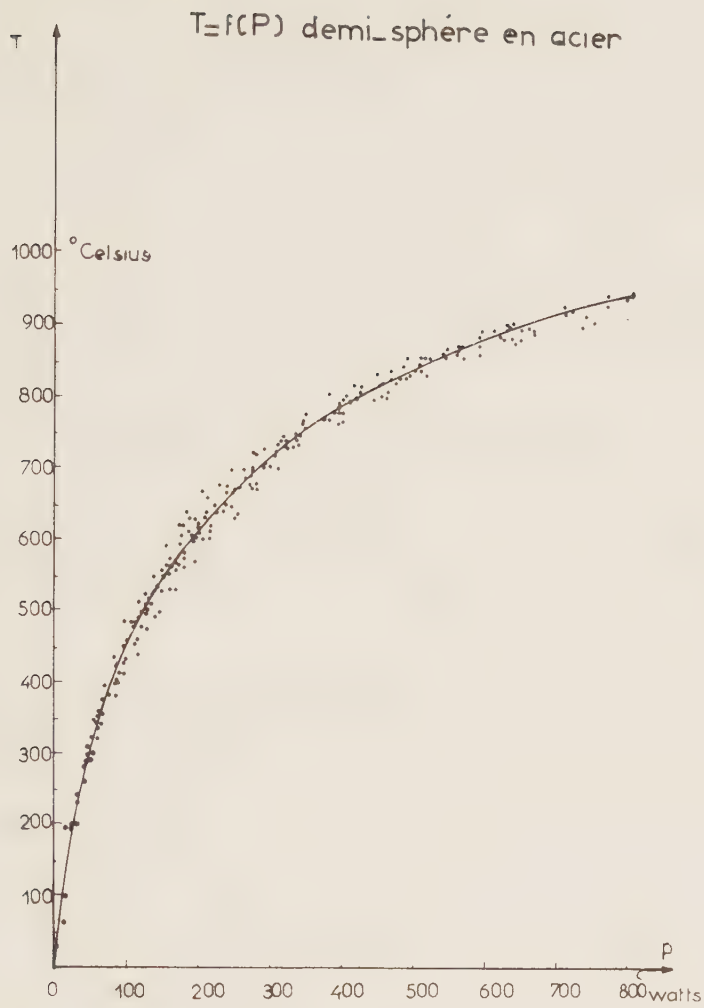


Figure 14 a

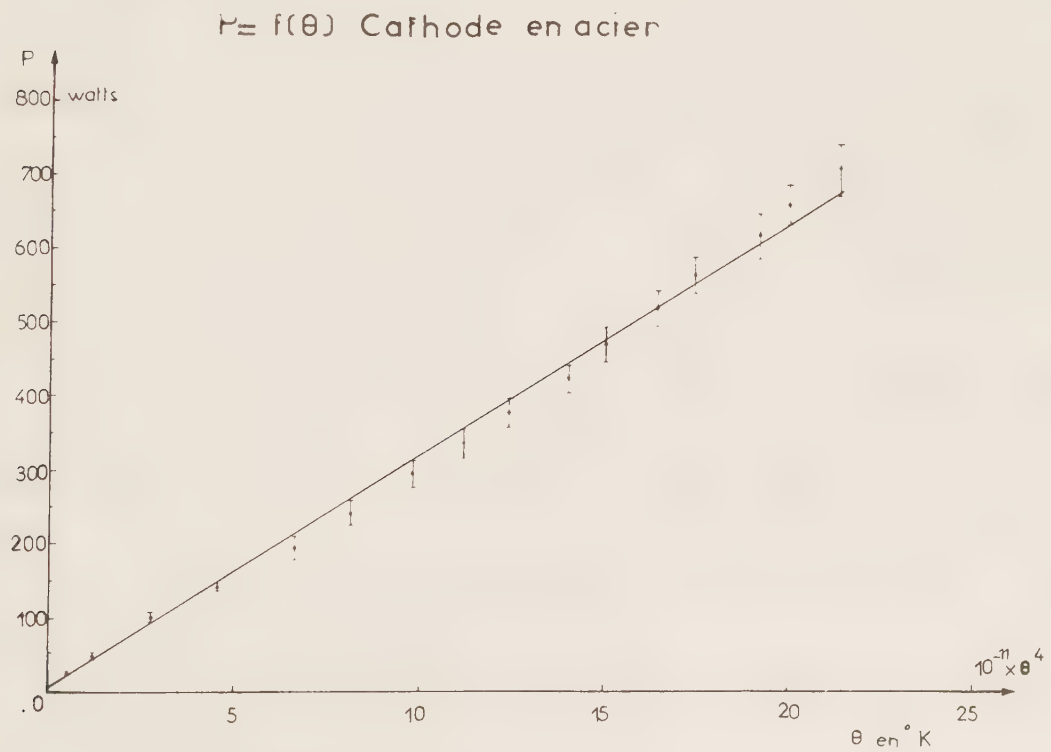


Figure 14 b

Pour essayer de mettre en évidence l'influence de la nature du gaz, nous avons tracé la courbe "puissance fournie" en fonction de la température dans les deux autres gaz : azote et hydrogène. Aux précisions de mesure près, on obtient exactement les mêmes courbes que pour l'ammoniac.

Par conséquent, il ne semble pas que la nature du gaz ait une influence sur la valeur de α .

Si α est supérieur à la valeur à laquelle on pouvait s'attendre cela tient d'une part à l'imprécision des mesures et d'autre part, au fait que le coefficient d'émission du métal de la cathode est supérieur à 0,5.

III.4 - Influence de la forme des pièces.

Tout ce qui précède montre que la forme des pièces influe beaucoup sur l'équilibre thermique et, en conséquence, sur les caractéristiques $V(j)_p$ et $j(p)_V$.

La formule (8) montre en effet que les pertes dépendent, d'une part de la surface de rayonnement de la cathode, d'autre part du coefficient α qui est égal à : (9)

$$\alpha = \frac{F_{12}}{1 + F_{12} \times \left(\frac{1 - \alpha_1}{\alpha_1} + \frac{S_2}{S'} \times \frac{1 - \alpha_2}{\alpha_2} \right)} \quad (9)$$

où :

- F_{12} est le coefficient de forme du système cathode-réflecteur
- α_1 est le coefficient d'émission du métal constituant la cathode
- α_2 est le coefficient d'émission du métal du réflecteur
- S_2 est la surface de rayonnement de la cathode
- S' est la surface de rayonnement du réflecteur

Dans le cas de cathodes de surface faible devant la surface du manchon, on peut négliger, dans la formule précédente (9), le terme $\frac{S_2}{S'} \times \frac{1 - \alpha_2}{\alpha_2}$ devant $\frac{1 - \alpha_1}{\alpha_1}$. D'autre part, on peut supposer que F_{12} est proche de 1.

Dans ces conditions, la formule (9) devient :

$$\alpha \approx \frac{1}{1 + \frac{1 - \alpha_1}{\alpha_1}} = \alpha_1$$

α est alors à peu près égal au coefficient d'émission thermique de la cathode.

Pour de petites cathodes, de même surface de décharge et même surface de rayonnement, la courbe "puissance-température" doit être approximativement la même.

Pour le vérifier, nous avons relevé les caractéristiques pression-tension-courant et température dans l'ammoniac pour des cathodes de même surface que la demi-sphère (47 cm^2) et de formes différentes :

- Cylindre
- Cône
- Tronc de cône
- Double tronc de cône

Les courbes que nous avons obtenues ($j(p)_V$, $T(V)_p$, $T(P)$) sont, aux précisions de mesure près, les mêmes que celles obtenues avec la demi-sphère.

On vérifie donc que, pour de petites cathodes, d'un même métal, les caractéristiques ne dépendent que de la surface de rayonnement.

III.5 - Influence de la nature de la cathode.

Nous avons étudié la décharge dans l'azote aux pressions de 1, 2, 3 et 4 T en utilisant une cathode en titane de même surface de décharge (47 cm^2) et de même surface de rayonnement ($66,75 \text{ cm}^2$) que les cathodes précédentes.

III.5.1 - Caractéristiques tension-pression-densité de courant.

Nous avons tracé ces caractéristiques aux pressions de 1, 2, 3 et 4 T. Nous obtenons des courbes que l'on peut assimiler à des droites (figures 15 a et b).

En comparant avec les courbes correspondant à une cathode en acier, nous constatons que, à même pression et même tension, les valeurs de la densité de courant sont moins élevées pour le titane que pour l'acier.

III.5.2 - Relation puissance-température.

Nous avons tracé la courbe puissance-température et la courbe puissance en fonction de T^4 (où T est exprimé en degrés Kelvin Figure 15-b et 15-c).

Caractéristique $V(j)$ à
 p constant dans N_2
Cathode en Titane

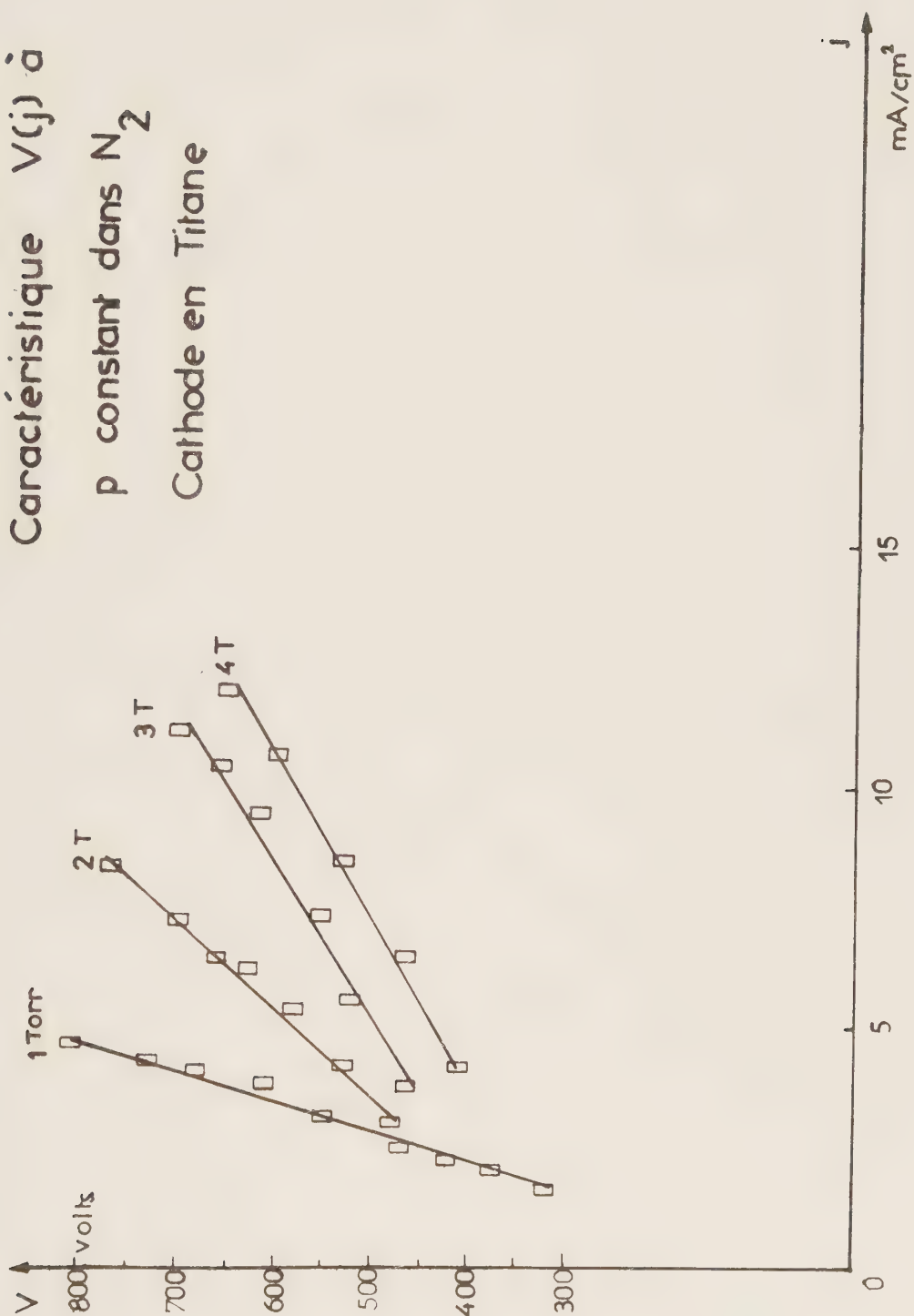


Figure 15 a

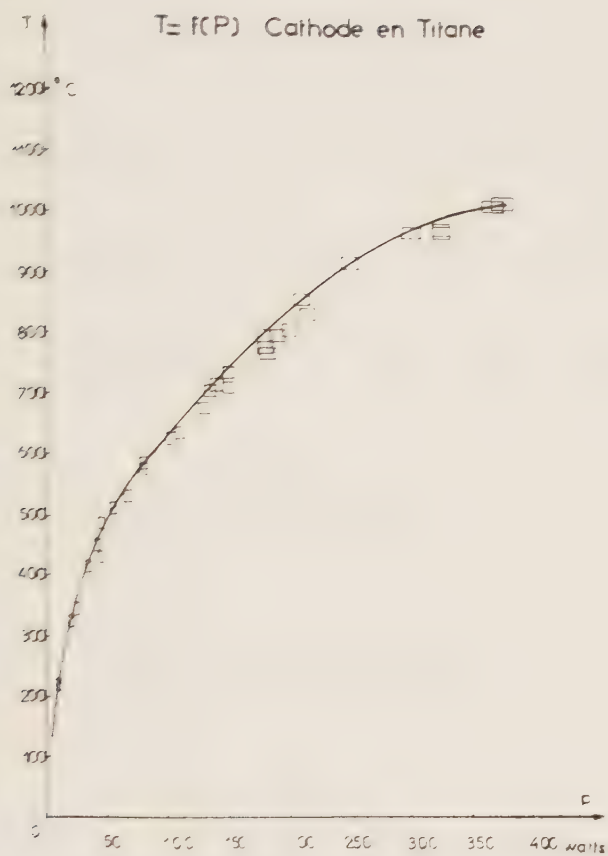


Figure 15 b

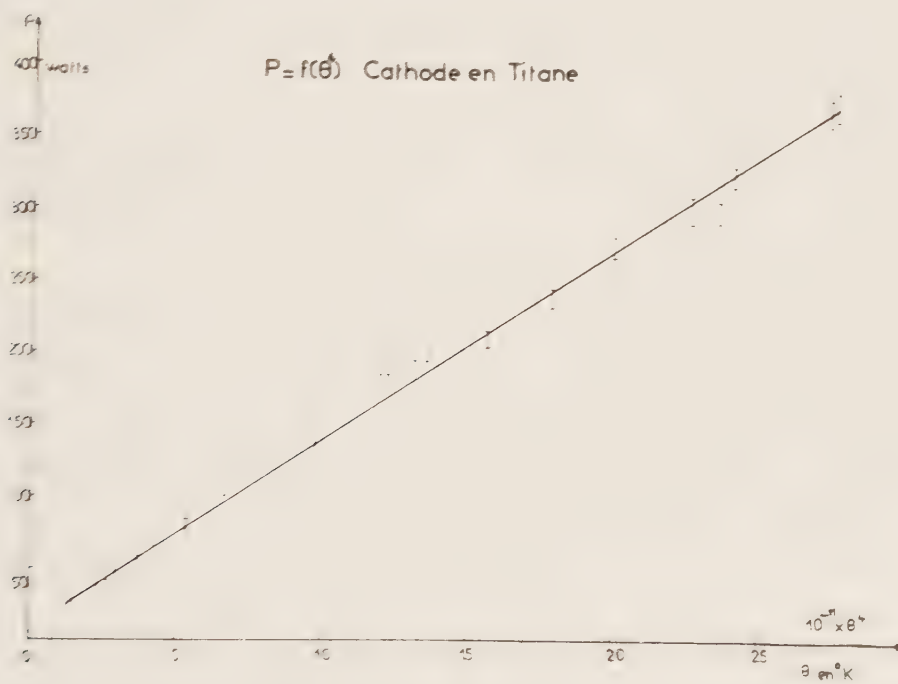


Figure 15 c

Nous obtenons, comme pour l'acier, approximativement une droite dont la pente est très inférieure à celle obtenue pour l'acier. Ceci s'explique par le fait que le coefficient d'émission du titane est beaucoup plus faible que celui de l'acier (environ 0,1).

La pente de la droite est en effet :

$$K = 135 \cdot 10^{-12} \text{ W/} (^{\circ}\text{K})^4 = 32,3 \cdot 10^{-12} \text{ cal/sec } (^{\circ}\text{K})^4$$

Le coefficient α de la relation (8) est donc ici :

$$\alpha = \frac{32,3 \cdot 10^{-12}}{1,35 \cdot 10^{-12} \times 66,75} \approx 0,36$$

III.6 - Utilisation de ces résultats.

III.6.1 - Relation entre pression, tension, et densité de courant.

Nous avons montré, au chapitre II, que, sous certaines hypothèses, la relation entre p , V , j , était de la forme :

$$j = K p^2 V^{3/2}$$

où K est une constante dépendant du gaz, et notamment de son potentiel d'ionisation et de la nature de la cathode.

Les courbes que nous avons tracées, comme on pouvait s'y attendre, ne correspondent pas à cette formule. Ces différences sont essentiellement dues à l'effet de la température qui, nous l'avons vu, intervient de plusieurs façons : elle modifie le coefficient de mobilité des ions du gaz réactif, le travail d'extraction des électrons du métal de la cathode, et la pression au voisinage de la cathode. En maintenant la pression constante dans l'enceinte, on modifie en fait la densité de môle, or c'est la densité de môle dans l'espace sombre qui intervient.

Par conséquent, nous ne pouvons guère tirer de conclusions de nos résultats en ce qui concerne la théorie de la décharge anormale luminescente. En particulier, la comparaison entre les trois gaz et la comparaison entre les métaux constituant la cathode ne signifient pas grand chose.

Pour étudier la décharge, il faudrait d'une part mesurer la densité de môle, la température du gaz, dans les régions voisines de la cathode. Il faudrait d'autre part mesurer l'ensemble des paramètres avec beaucoup plus de précision.

Nous ne pouvons, à partir de nos études, tirer que quelques conclusions d'ordre général sur les relations entre les principaux paramètres.

III.6.2 - Relation entre les différents paramètres.

Les principaux paramètres de la décharge anormale sont non seulement la pression, la tension, la nature du gaz et la densité de courant, mais la température, la nature de la cathode, sa forme et la géométrie de l'enceinte.

Ces paramètres ne sont bien sûr pas indépendants. Ils sont liés par deux relations :

- d'une part, la caractéristique de la décharge :

$$j = f(V, p, T) \quad (10)$$

- d'autre part, l'équation de l'équilibre thermique :

$$VI = VjS_1 = \alpha \sigma S_2 (T^4 - T_0^4) \quad (11)$$

où :

- j est la densité de courant en mA/cm^2 qui est une fonction de V et de p
- p est la pression
- V est la tension
- T est la température
- S_1 est la surface de décharge
- α est le coefficient défini dans la formule (9)
- S_2 est la surface de rayonnement
- T_0 est la température du manchon refroidi
- σ est la constante de BOLTZMANN

Les résultats ne sont donc valables que pour l'installation que nous avons utilisée. C'est le cas en particulier des courbes $T(V)_p$. Ces courbes n'ont de signification que pour un métal bien déterminé et pour certaines formes de cathodes.

En effet, les facteurs qui interviennent dans la relation (11), entre V , p , et T , sont le rapport $\frac{S_2}{S_1}$ et le coefficient α

La relation (11) montre que, plus α est petit, et plus $\frac{S_2}{S_1}$ est petit, moins il faut de tension pour maintenir une pièce à une température T sous une pression p .

Cela signifie qu'il faut plus de tension pour maintenir une pièce massive à une température donnée qu'une pièce creuse. D'une manière générale, il faut une tension plus élevée pour des pièces convexes que pour des pièces concaves. En effet, dans le cas de pièces convexes, la surface de rayonnement est plus petite que la surface de décharge.

Cela signifie aussi que la puissance nécessaire pour maintenir à une certaine température deux pièces identiques placées l'une à côté de l'autre, est plus petite que le double de la puissance nécessaire pour maintenir une seule des pièces à la même température : en plaçant les deux pièces l'une à côté de l'autre, la surface de rayonnement est inférieure au double de la surface de rayonnement d'une des pièces.

Dans le cas particulier que nous avons étudié, c'est-à-dire le cas de surfaces petites devant celle du manchon refroidisseur, nous avons montré que le coefficient α ne dépend que du métal de la cathode. Par conséquent, les courbes que nous avons tracées sont valables pour des cathodes de rapport $\frac{S_2}{S_1}$ identique.

III.6.3 - Equation de chauffe et équation de refroidissement.

III.6.3.1 - Equation de chauffe.

La relation (9) nous permet de calculer le temps t nécessaire pour chauffer une masse M à une température T_1 , en fournissant une puissance constante égale à P Watts soit $Q = \frac{P}{4,18}$ cal/sec.

Soit T la température de la cathode au temps t .

Pour l'échauffer à la température $T + dT$, on lui fournit la quantité de chaleur $Q dt$ qui est égale à :

$$MC dT + \alpha \sigma (T^4 - T_0^4) dt$$

où C est la capacité calorifique de la cathode,

où α est le coefficient déjà défini ci-dessus

S , la surface de rayonnement de la cathode

T_0 , la température du manchon refroidi.

On a donc l'équation différentielle :

$$Q dt = MC dT + \alpha \sigma (T^4 - T_0^4) dt$$

ou :

$$dt = \frac{- MC}{\alpha \sigma S (T^4 - T_0^4) - Q} dT$$

en posant

$$T_1^4 = \frac{Q}{\alpha \sigma S} + T_0^4$$

on obtient :

$$dt = \frac{- MC}{\alpha \sigma S (T^4 - T_1^4)} dT$$

ce qui s'écrit, en décomposant $\frac{1}{T^4 - T_1^4}$ en fractions rationnelles :

$$\frac{dt}{dT} = \frac{- MC}{\alpha \sigma S} \left[\frac{1}{4 T_1^3 (T - T_1)} - \frac{1}{4 T_1^3 (T + T_1)} - \frac{1}{2 T_1^2 (T^2 + T_1^2)} \right]$$

La solution de cette équation est, en supposant C indépendant de la température et en intégrant de T'_0 à T_2 , où T'_0 est la température initiale de la cathode :

$$t = \frac{-MC}{\alpha \sigma S} \left[\frac{1}{4 T_1^3} \left[\text{Log } (T - T_1) \right]_{T'_0}^{T_2} - \frac{1}{4 T_1^3} \left[\text{Log } (T + T_1) \right]_{T'_0}^{T_2} - \frac{1}{2 T_1^2} \left[\text{Arctg } \frac{T}{T_1} \right]_{T'_0}^{T_2} \right]$$

soit, en supposant que $T'_0 = T_0$

$$t = \frac{MC}{4\alpha\sigma ST_1^3} \left(\text{Log} \frac{T_1 - T_0}{T_1 - T_2} + \text{Log} \frac{T_1 + T_2}{T_1 + T_0} + 2\text{Arctg} \frac{T_2}{T_1} - 2\text{Arctg} \frac{T_0}{T_1} \right) \quad (12)$$

La température T_1 que nous avons définie précédemment est la température correspondant à l'équilibre thermique lorsqu'on fournit la puissance Q . En effet, on a dans ce cas :

$$Q = \alpha\sigma S (T_1^4 - T_0^4)$$

III.6.3 2.- Equation de refroidissement.

On peut de la même façon calculer le temps de refroidissement d'une masse M de la température T_2 à la température T_3 à partir de l'équation différentielle :

$$MCdT + \alpha\sigma S (T^4 - T_0^4) dt = 0$$

qui donne :

$$t = - \frac{MC}{4\alpha\sigma ST_0^3} \left(- \text{Log} \frac{T_2 - T_0}{T_3 - T_0} + \text{Log} \frac{T_2 + T_0}{T_3 + T_0} + 2\text{Arctg} \frac{T_2}{T_0} - 2\text{Arctg} \frac{T_3}{T_0} \right) \quad (13)$$

A titre de vérification, nous avons enregistré la courbe de refroidissement depuis la température de 570°C de la cathode hémisphérique que nous avons déjà utilisée pour les précédents essais (figure 16)

On constate que le temps de refroidissement de 570 à 82°C est de 45 minutes. La température du manchon refroidi est passée de 40 à 20°C.

Nous avons effectué le calcul à l'aide de la formule (13) où l'on a supposé T_0 constant et égal à 20°C.

On a :

$$\text{Log} \frac{T_2 - T_0}{T_3 - T_0} = \text{Log} \frac{550}{62} = 2,1828$$

$$\text{Log} \frac{T_2 + T_0}{T_3 + T_0} = \text{Log} \frac{1136}{648} = 0,5616$$

$$\text{Arctg} \frac{T_2}{T_0} = \text{Arctg} \frac{843}{293} = 1,24$$

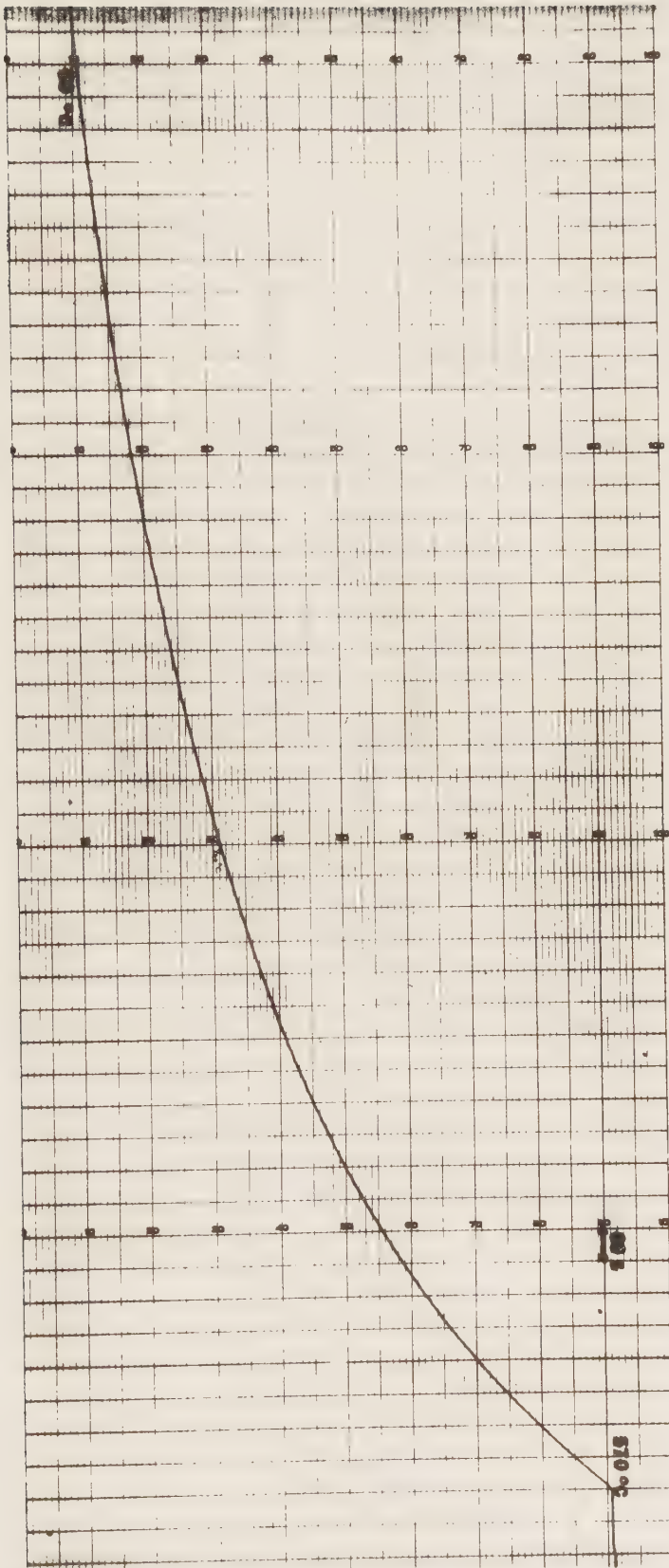


Figure 16 : *Courbe de refroidissement naturel*

$$\text{Arctg } \frac{T_3}{T_0} = \text{Arctg } \frac{355}{293} = 0,87$$

D'autre part, la masse totale de la cathode est d'environ 240 g.

Comme :

$$\alpha \sigma S = 75.10^{-12}$$

On obtient :

$$\begin{aligned} t_{\text{calculé}} &= - \frac{240.0,1}{4.75.10^{-12} \cdot (293)^3} (2,1828 + 0,5616 + 2 (1,24 - 0,87)) \\ &= 3200 \times 0,8815 \\ &= 2900 \text{ secondes} \end{aligned}$$

Ce qui, compte tenu des approximations et de la précision des mesures, est sensiblement voisin du temps mesuré de 2700 secondes.

En conclusion de ce chapitre, l'étude expérimentale des diverses caractéristiques de la décharge montrent qu'elles obéissent à des lois dont on ne peut rendre compte dans le cadre des théories actuelles. Cependant, elle nous a permis de mettre en évidence le sens de leur évolution et, qualitativement, les corrélations entre les divers paramètres. Bien que ces expériences, trop grossières, ne nous permettent pas de proposer une interprétation plus fine des mécanismes fondamentaux, elle nous a permis d'effectuer certains choix, d'ordre technologique, et, en particulier, de définir les conditions les plus favorables à la mise en oeuvre du procédé (forme du réacteur, conditions de montée en température, conditions correspondantes au maintien isotherme).

CHAPITRE IV

REACTEUR DE DIMENSIONS INDUSTRIELLES

L'étude des caractéristiques principales de la décharge et du comportement thermique du réacteur ont été utilisées pour concevoir une installation de dimensions industrielles. Nous avons montré que la puissance de chauffage est limitée à un maximum correspondant à une densité de courant maximale sur les surfaces cathodiques qui dépend de plusieurs paramètres. Enfin, la pièce à traiter sert de source chaude dans un réacteur où les pertes thermiques s'effectuent essentiellement par rayonnement.

La capacité et le volume du réacteur étant définis, son mode d'isolement thermique optimisé, on peut déterminer par le calcul les puissances nécessaires à la mise en température de la charge en un temps déterminé et la puissance nécessaire au traitement isotherme. C'est cet aspect que nous développerons dans ce chapitre, ainsi que le principe du générateur électrique d'alimentation.

IV.1 - Enceinte de réacteur.

Elle est constituée de trois parties en acier inoxydable dont la hauteur extérieure totale est d'environ 1,65 mètre et le diamètre extérieur 1,20 m. La virole inférieure est fixe ; le corps cylindrique principal et la virole supérieure sont indépendamment mobiles, de façon à ce qu'on puisse accéder à l'intérieur.

Le corps de l'enceinte constitue l'anode ; elle est reliée électriquement à la terre. La cathode est démontable ; elle est supportée par plusieurs pieds qui servent en même temps d'arrivée de courant et, éventuellement, d'entrée ou de sortie de gaz. L'étude et la réalisation de ces pieds ont donné lieu à un brevet ⁽¹⁰⁾ dont nous allons exposer le principe.

IV.1.1 : Passage de courant (figure 17).

.....

Dans une décharge électrique, il n'est pas possible d'utiliser des passages de courant conventionnels, par exemple isolés par un oxyde réfractaire. En effet, la métallisation due à la pulvérisation cathodique conduit facilement à un amorçage d'arc sur cet isolant et entraîne sa destruction très rapide.

L'étude de la décharge nous ayant montré que la partie effectivement active pour l'ionisation se situe dans l'espace sombre, nous avons conçu un passage de courant qui utilise cette particularité. L'isolement est réalisé entre le conducteur, placé au potentiel cathodique et un manchon qui lui est concentrique, isolant ou conducteur relié au potentiel anodique et placé à une distance d inférieure à l'épaisseur de l'espace sombre. La décharge ne peut donc s'établir entre ces deux parties qui sont ainsi isolées.

Comme nous avons vu que l'épaisseur de l'espace sombre dépend essentiellement de la pression et que la distance d est fixée par construction, trois modes de fonctionnement du passage de courant peuvent être utilisés :

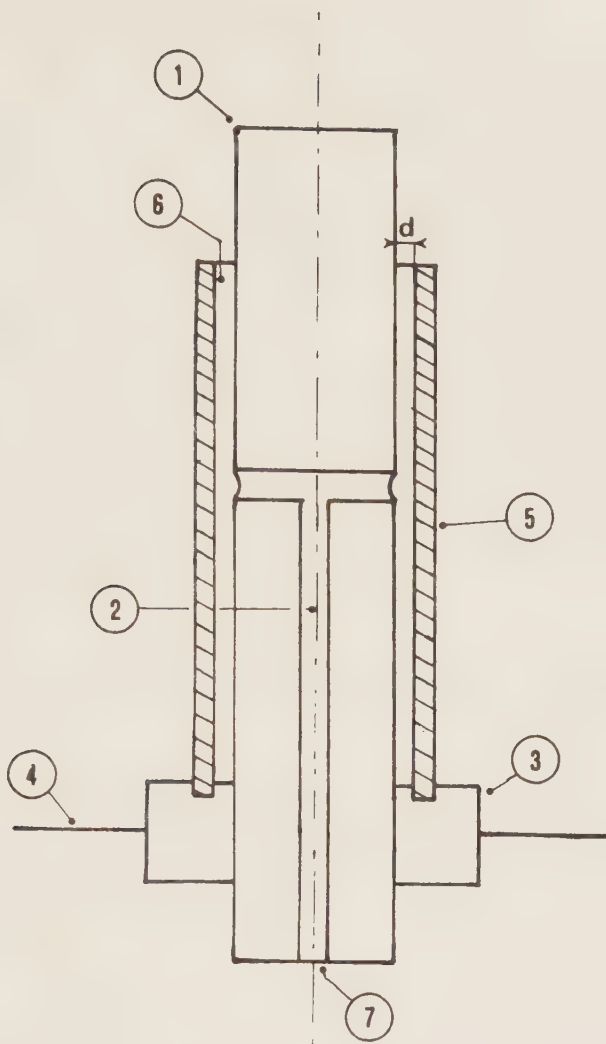
- d est fixée à 0,5 mm et il règne dans cette épaisseur la même pression que dans l'enceinte. Le passage de courant fonctionnera correctement tant que la pression sera telle que la zone de chute cathodique ait une épaisseur $e > d$, c'est à dire jusqu'à 5 Torr environ.

Si on désire établir la décharge à une pression plus élevée, les deux modes de fonctionnement suivants peuvent être utilisés :

- On injecte le gaz réactif dans le réacteur par le passage de courant de telle sorte qu'il règne dans l'espace d une pression dynamique supérieure à la pression d'amorçage possible de la décharge (en pratique, supérieure à 15 Torr). Ce fonctionnement est possible si le fourreau concentrique est isolant.

- On réalise un pompage dans l'espace d de telle sorte qu'il y règne une pression dynamique nettement plus faible que dans le réacteur et telle que l'épaisseur de l'espace sombre e soit très supérieure à $d = 0,5$ mm. Ce fonctionnement est possible, quel que soit le fourreau concentrique conducteur ou isolant.

Ce passage de courant est de construction simple et de fonctionnement très fiable.



- (1) *Amenée de courant*
- (2) *Amenée de gaz*
- (3) *Isolant*
- (4) *Paroi anodique*
- (5) *Tube isolant*
- (6) *Espace de protection*
- (7) *Entrée (ou sortie) de gaz*

Figure 17 Passage de courant

IV.1.2 - Schéma de l'enceinte (figure 18).

La partie inférieure du réacteur (3) est fixée sur un bâtis (4). Le corps cylindrique (2) peut être levé : les barres (9) assurent le guidage vertical. Ce corps repose sur la virole inférieure par l'intermédiaire d'une bride (10) et d'un joint torique d'étanchéité. La virole cylindrique supérieure est amovible et se fixe sur le corps (2) par l'intermédiaire d'une bride et d'un joint (11) analogues aux précédents.

Les écrans thermiques (5) et (6) sont l'un et l'autre constitués de trois parties fixées respectivement aux modules (1), (2) et (3) de l'enceinte.

La cathode est supportée par les trois pieds passage de courant (8) dont nous venons de donner le principe. L'arrivée de gaz (12) est réglée par une vanne-aiguille (13).

Les dimensions utiles sont de : 800 mm en diamètre et 1 m en hauteur.

Le pompage primaire se fait à travers une conduite métallique souple fixée sur la bride (14) par l'intermédiaire d'une vanne-papillon (15). Celle-ci peut être court-circuitée par la vanne (16) pour les faibles débits nécessaires pendant le traitement.

Le groupe à vide comprend un roots (17) à débit élevé ($500 \text{ m}^3/\text{h}$) et une pompe primaire ($60 \text{ m}^3/\text{h}$) (18). Il permet d'atteindre une pression dans l'enceinte de 10^{-2} Torr en moins de 10 minutes. La pression est indiquée par le manomètre (19). Une entrée d'air peut être effectuée par la vanne (20).

Le thermocouple (21) passe à travers la bride (22). Il est isolé électriquement de l'anode et de la cathode.

IV.2 - Bilan énergétique du réacteur.

Lorsque la température de la cathode est stabilisée à la valeur T_1 , et que l'ensemble du réacteur est en équilibre thermique, on peut écrire les équations caractéristiques de cet équilibre, sachant que les pertes se font pratiquement exclusivement par rayonnement.

IV.2.1 - Echange par rayonnement.

Si T_2 est la température du premier bouclier thermique, S_1 la surface rayonnante des pièces placées au potentiel cathodique, α_{12} le coefficient d'échange par rayonnement entre celles-ci et le bouclier, les pertes sont données par :

$$P_{\text{cal}} = \sigma \alpha_{12} S_1 (T_1^4 - T_2^4) \quad (14)$$

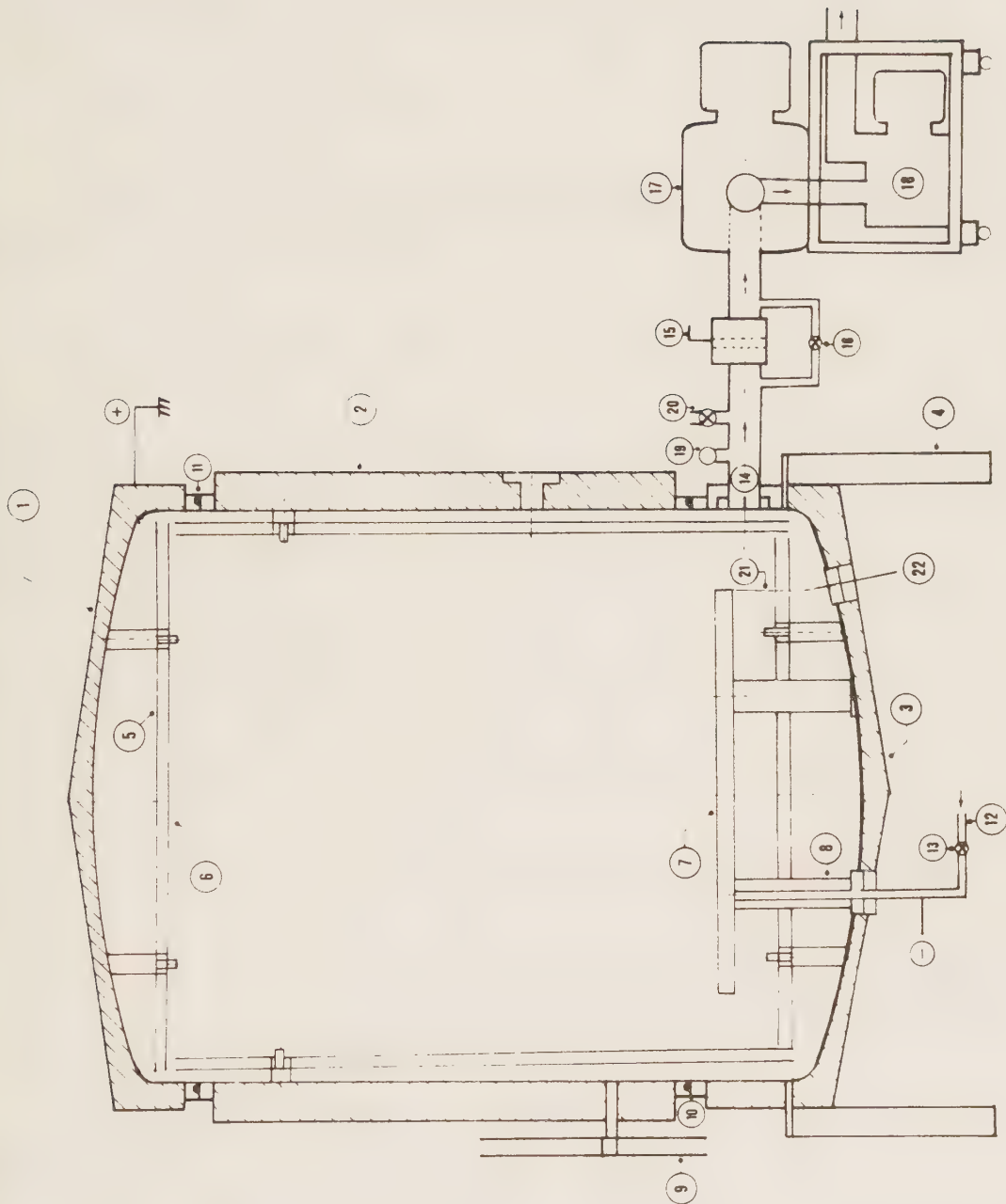


Figure 18 : Schéma de l'enceinte

où σ est la constante de BOLTZMANN.

Ces pertes sont égales aux pertes par rayonnement entre le premier et le deuxième bouclier.

Si T_3 est la température de ce dernier, S_2 la surface du premier écran α_{23} le coefficient d'échange entre les deux écrans, on peut écrire :

$$P_{cal} = \sigma \alpha_{23} S_2 (T_2^4 - T_3^4) \quad (15)$$

De même ces pertes sont égales aux pertes par rayonnement entre le deuxième écran et la paroi de l'enceinte, soit :

$$P_{cal} = \sigma \alpha_{34} S_3 (T_3^4 - T_4^4) \quad (16)$$

où α_{34} est le coefficient d'échange entre le bouclier et la paroi

S_3 la surface du deuxième bouclier, très peu différente de S_2

T_4 la température à l'équilibre de la paroi

IV.2.2 - Pertes par conduction dans le calorifugeage.

P_{cal} est aussi égale aux pertes par conduction dans le calorifugeage en laine de verre.

Celui-ci peut, schématiquement se décomposer en cinq parties (figure 19).

- Deux disques de 1,15 m de diamètre et 5 cm d'épaisseur
- Deux couronnes de 20 cm de hauteur et 5 cm d'épaisseur
- Une couronne de 85 cm de hauteur et 7,5 cm d'épaisseur

Dans l'hypothèse où la température T_5 est uniforme sur l'ensemble du réacteur, on peut décomposer les pertes de la façon suivante :

- au niveau des disques, elles sont de la forme (9) :

$$P_1 = K \frac{S_4}{e} (T_4 - T_5)$$

où :

- K est la conductibilité thermique de la laine de verre
- S_4 , la surface du disque
- e, l'épaisseur du calorifugeage
- T_4 , la température de la paroi inférieure
- T_5 , la température de la paroi extérieure
- au niveau des couronnes, elles sont de la forme (9):

$$P_2 = 2,73 K (T_4 - T_5) \frac{L}{\log \frac{D_2}{D_1}}$$

où :

- L est la hauteur de la couronne
- D_2 , le diamètre extérieur de la paroi
- D_1 , le diamètre inférieur de la paroi

soit, pour les couronnes de 30 cm de hauteur :

$$P_{21} = 2 \times 2,73 K (T_4 - T_5) \frac{L}{\log \frac{D_2}{D_1}}$$

où :

- L = 30 cm
- $D_2 = 115$ cm
- $D_1 = 105$ cm

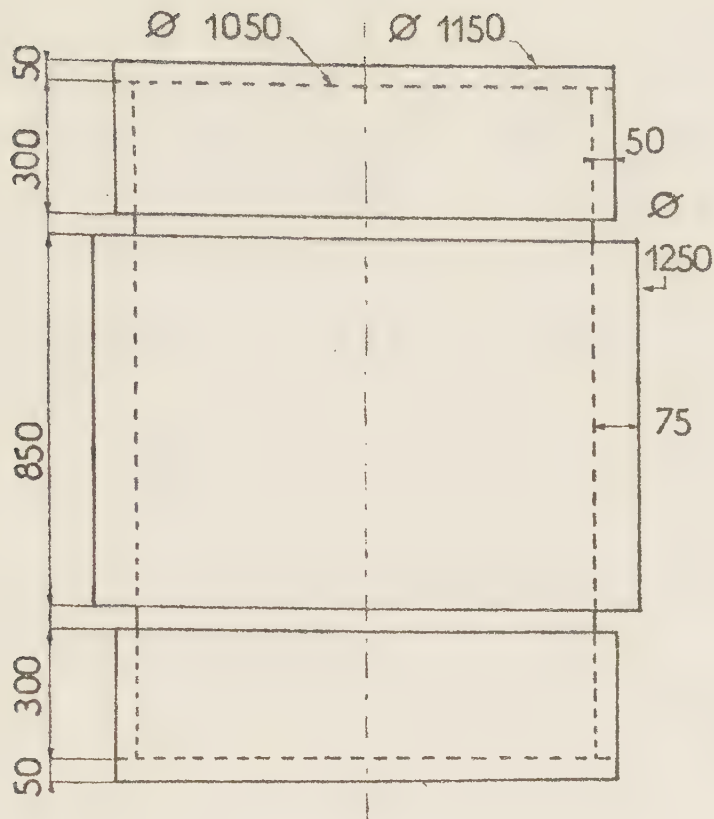


Figure 19

et pour la couronne de 85 cm de hauteur :

$$P_{22} = 2,73 K (T_4 - T_5) \frac{L'}{\log \frac{D'_2}{D'_1}}$$

où

$$L' = 85 \text{ cm}$$

$$D'_1 = 110 \text{ cm}$$

$$D'_2 = 125 \text{ cm}$$

L'ensemble des pertes par conduction est donc de la forme :

$$P_{cal} = P_1 + P_{21} + P_{22} = K (T_4 - T_5) \times l \quad (12)$$

où :

$$e = 2 \frac{S_4}{e} + 2 \times 2,73 \frac{L}{\log \frac{D_2}{D_1}} + 2,73 \frac{L'}{\log \frac{D'_2}{D'_1}} \quad (18)$$

En fait, cette valeur n'est qu'une approximation, puisqu'on néglige les pertes par refroidissement d'eau au niveau des brides ; celles-ci sont, cependant, relativement faibles.

IV.2.3 - Pertes par convection sur la paroi extérieure.

Enfin les pertes P sont égales aux pertes par convection libre de l'air sur la paroi extérieure en aluminium. On supposera négligeables les pertes par rayonnement de la paroi extérieure.

Les pertes par convection peuvent s'écrire ⁽¹¹⁾ :

$$P_{cal} = h_m S (T_5 - T_o) \quad (19)$$

où :

- T_o est la température de l'air ambiant
- h_m est un coefficient dépendant de la forme de l'enceinte et de l'écart de température $(T_5 - T_o)$.
- S est une surface, différente de la surface totale de l'enceinte.

Pour simplifier, nous considérerons que celle-ci est constituée d'un cylindre vertical et de deux disques horizontaux, l'un supérieur, l'autre inférieur. Dans ces conditions, la surface S sera égale à la surface extérieure de la partie cylindrique, à la surface du disque supérieur et à la moitié de la surface du disque inférieur. ⁽¹²⁾

Le coefficient h_m dépend de la nature du régime de convection de l'air le long de la paroi. Celui-ci se caractérise par le nombre de GRASHOFF sans dimension :

$$Gr = \frac{g \alpha (T_5 - T_o) L^3}{\nu^2} \quad (20)$$

où :

- g est l'accélération de la pesanteur
- β , le coefficient de dilatation à pression constante de l'air
- ν , la viscosité cinématique de l'air
- L , la hauteur du cylindre

Si ce nombre est inférieur à 10^9 , la convection s'effectue en régime laminaire et dépend de $(T_5 - T_0)^{1/4}$.

Si Gr est supérieur à 10^9 , elle s'effectue en régime turbulent et h_m est proportionnel à $(T_5 - T_0)^{1/3}$.

IV.2.4 - Equations du bilan énergétique.

A l'équilibre, les températures T_1, T_2, T_3, T_4, T_5 sont donc liées par un système de 4 équations à 4 inconnues :

$$\left\{ \begin{array}{l} \alpha_{12} \sigma S_1 (T_1^4 - T_2^4) \\ \alpha_{23} \sigma S_2 (T_2^4 - T_3^4) \\ \alpha_{34} \sigma S_3 (T_3^4 - T_4^4) \\ K_1 (T_4 - T_5) \\ h_m S (T_5 - T_0) \end{array} \right. \quad (21)$$

IV.2.5 - Calcul des coefficients.

On peut déterminer les différents coefficients intervenant dans ces équations.

IV.2.5.1 - Coefficients des pertes par rayonnement.

α_{12} et S_1 dépendent de la pièce chauffée.

Nous supposons que les surfaces des deux boucliers, de forme identique et de dimensions légèrement différentes, sont suffisamment voisines pour que $S_2 = S_3$. Le calcul conduit à $S_2 = S_3 = 5 \text{ m}^2$.

Dans ces conditions, on peut supposer :

$$\alpha_{23} \approx \alpha_{34}$$

Le coefficient d'émission thermique de l'acier inoxydable étant de 0,5, on obtient :

$$\alpha_{23} = \alpha_{34} = \frac{1}{\frac{1}{0,5} + \frac{1}{0,5} - 1}$$
$$= 0,33$$

IV.2.5.2 - Coefficients des pertes par conduction.

Le calcul de l nous donne :

$$l \approx 12\,500 \text{ cm}$$

K la conductibilité de la laine de verre est égale à :

$$K = 5 \cdot 10^{-4} \text{ cal/}^\circ\text{K/cm/sec}$$

IV.2.5.3 - Coefficients des pertes par convection.

Les coefficients h_m et S intervenant dans les pertes par convection peuvent aussi être déterminés de façon approchée.

Nous avons vu que h_m dépendait du type de convection caractérisé par le nombre de GRASHOFF :

$$G_r = \frac{g \beta (T_5 - T_0) L^3}{\nu^2}$$

où :

$$g = 981 \text{ cm/sec}^2$$

$$\nu = 0,186 \text{ cm}^2/\text{sec}$$

$$\beta = \frac{1}{T} = \frac{1}{273} \text{ }^\circ\text{K}^{-1} \text{ (pour un gaz parfait)}$$

$$L \approx 1,50 \text{ m}$$

On supposera que :

$$T_0 = 293^\circ\text{K} (20^\circ\text{C})$$

Dans ces conditions, Gr est égal à :

$$\approx 3,5 \cdot 10^8 (T_5 - 293)$$

Ce nombre sera donc supérieur à 10^9 si :

$$T_5 - 293 > \frac{10^9}{3,5 \cdot 10^8} = 2,9 \text{ } ^\circ\text{K}$$

Lorsque la température T_1 de la pièce chaude est supérieure à 350°K , on supposera que l'écart ($T_5 - 293$) est au minimum de $2,9^\circ\text{K}$ (par conséquent, on se trouve en régime turbulent). On déterminera ainsi le coefficient h_m .

Ce calcul nécessite celui du nombre de PRANDTL défini par :

$$\text{Pr} = \frac{c_p \mu}{\lambda} \quad (22)$$

où :

c_p est la chaleur massique de l'air

μ , sa viscosité

λ , sa conductibilité thermique

Les valeurs de ces coefficients doivent être prises à la température du film soit :

$$\frac{T_5 + T_0}{2}$$

A 60°C , par exemple, on obtient :

$$c_p = 0,243 \text{ cal}/^\circ\text{K}/\text{g}$$

$$\mu = 19,8 \cdot 10^{-5} \text{ poise}$$

$$\lambda = 6,65 \cdot 10^{-5} \text{ cal}/\text{cm}/\text{sec}/^\circ\text{K}$$

En première approximation, nous admettrons que l'erreur commise en supposant ces coefficients constants, est faible devant l'erreur due à l'imprécision du calcul de l'ensemble des coefficients.

On obtient ainsi :

$$\text{Pr} = 0,72$$

Le régime étant turbulent, le nombre de NUSSELT vaut :

$$\overline{\text{Nu}} = 0,13 (\text{Gr Pr})^{1/3}$$

$$= 202 (T_5 - T_0)^{1/3}$$

D'où l'on tire h_m :

$$h_m = \overline{Nu} \times \frac{\lambda}{L}$$

$$= 9 \cdot 10^{-5} (T_5 - T_0)^{1/3} \text{ en cal/cm}^2/\text{°K}$$

Enfin, le calcul des surfaces conduit à :

$$S = 7,5 \text{ m}^2$$

IV.2.6 - Résolution du système (21)

IV.2.6.1 - Principe de la méthode.

Nous pouvons maintenant, à l'aide du système (21), calculer les températures d'équilibre T_2 , T_3 , T_4 , T_5 et la puissance nécessaire pour maintenir une pièce de surface rayonnante S_1 donnée à la température T_1 . Le coefficient α_{12} est alors déterminé par la forme de la pièce et sa nature.

Cependant, pour résoudre le système (21), il est nécessaire d'utiliser une méthode de calcul numérique. La plus simple est ici la méthode de NEWTON.⁽¹³⁾

Pour cela, on peut écrire le système sous la forme :

$$\left\{ \begin{array}{l} \sigma \alpha_{12} S_1 T_1^4 = \sigma \alpha_{12} S_1 T_2^4 + Q \\ - \sigma \alpha_{12} S_1 T_1^4 = -\sigma (\alpha_{12} S_1 + \alpha_{23} S_2) T_2^4 + \sigma \alpha_{23} S_2 T_3^4 \\ 0 = \sigma \alpha_{23} S_2 T_2^4 - 2 \sigma (\alpha_{23} S_2 + \alpha_{34} S_3) T_3^4 + \sigma \alpha_{34} S_3 T_4^4 \\ 0 = \sigma \alpha_{34} S_3 T_3^4 - \sigma \alpha_{34} S_3 T_4^4 - K l T_4 + K l T_5 \\ 0 = K l T_4 - K l T_5 - h_m (T_5 - T_0) \times S \times (T_5 - T_0) \end{array} \right. \quad (23)$$

ou encore, sous forme matricielle, en posant :

$$((X)) = \begin{pmatrix} X(1) \\ X(2) \\ X(3) \\ X(4) \\ X(5) \end{pmatrix} \quad \text{avec} \quad \begin{array}{l} X(1) = Q \\ X(2) = T_2 \\ X(3) = T_3 \\ X(4) = T_4 \\ X(5) = T_5 \end{array}$$

$$((B)) = \begin{bmatrix} b_1 T_1^4 \\ -b_1 T_1^4 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \end{bmatrix} \quad \text{avec} \quad b_1 = \sigma \alpha_{12} S_1$$

$$((F)) = \begin{bmatrix} 0 & \sigma \alpha_{12} S_1 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & -\sigma(\alpha_{12} S_1 + \alpha_{23} S_2) & \sigma \alpha_{23} S_2 & 0 & 0 \\ 0 & \sigma \alpha_{23} S_2 & -2\sigma(\alpha_{23} S_2 + \alpha_{34} S_3) & \sigma \alpha_{34} S_3 & 0 \\ 0 & 0 & \sigma \alpha_{34} S_3 & -\sigma \alpha_{34} S_3 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \end{bmatrix}$$

$$((G)) = \begin{bmatrix} 1 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & -K1 & K1 \\ 0 & 0 & 0 & K1 & -K1 \end{bmatrix}$$

$$((H)) = \begin{bmatrix} 0 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \\ -h_m S(T_5 - T_o) \end{bmatrix}$$

Le système (23) peut s'écrire :

$$((F)) \times \begin{bmatrix} X^4 (1) \\ X^4 (2) \\ X^4 (3) \\ X^4 (4) \\ X^4 (5) \end{bmatrix} + ((G)) \begin{bmatrix} X (1) \\ X (2) \\ X (3) \\ X (4) \\ X (5) \end{bmatrix} + ((H)) + ((B)) = 0$$

Ce qui se résume par l'équation vectorielle :

$$T(\underline{X}) = 0$$

où

$$\underline{X} = ((X))$$

et T est une fonction de $\underline{X}$ définie par (23)

Pour résoudre cette équation, on donne à $\underline{X}$ une valeur arbitraire et on calcule l'accroissement $\Delta \underline{X}$ de $\underline{X}$ nécessaire pour avoir :

$$T(\underline{X} + \Delta \underline{X}) = 0$$

A partir de la formule :

$$T(\underline{X} + \Delta \underline{X}) = (\underline{X}) + \left(\frac{\partial F}{\partial X}\right) \times \Delta \underline{X} = 0$$

d'où

$$\Delta \underline{X} = - \left(\frac{\partial F}{\partial X}\right)^{-1} \times (\underline{X})$$

avec :

$$\left(\frac{\partial F}{\partial X}\right) = 4 \times ((F)) \times X^{(3)} + ((G)) + \left(\frac{\partial H}{\partial X}\right)$$

On poursuit le calcul jusqu'à ce qu'on ait une précision suffisante sur $\Delta \underline{X}$, par exemple jusqu'à ce que la norme euclidienne de $\Delta \underline{X}$ soit inférieure à 5°C.

Ce calcul numérique s'effectue facilement à l'ordinateur. L'organigramme est donné à la figure 20 et le programme en annexe page I.

IV.2.6.2 - Résultats.

Le calcul a été effectué avec plusieurs valeurs de T_1 pour une pièce en acier, dont la surface S_1 est de 3,5 m².

Dans ce cas, α_{12} est égal à 0,5. Cette valeur étant relativement imprécise, le calcul nous a montré qu'elle affecte les températures d'équilibre mais relativement peu la puissance consommée.

Les valeurs initiales pour $\underline{X}$ sont :

$$X(1) = 2500 \text{ cal/sec}$$

$$X(2) = X(3) = X(4) = X(5) = T_1$$

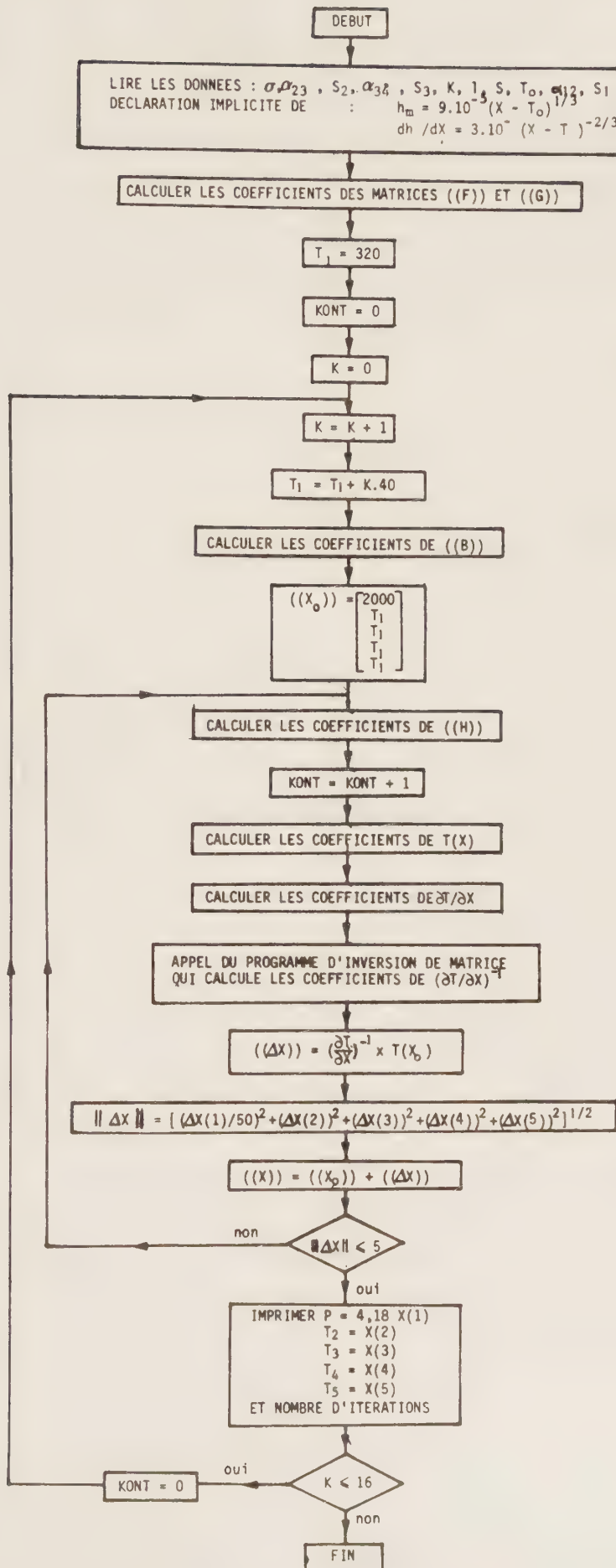


Figure 20 : Organigramme du calcul des températures à l'équilibre.



Nous avons tracé la caractéristique $T(P)$ (figure 21).

On constate qu'elle correspond approximativement à une relation linéaire sans que nous puissions en donner une interprétation physique.

On peut également remarquer que la puissance de maintien à 840°K (567°C) est de 8,5 KW, ce qui est relativement faible et donc particulièrement intéressant.

Il est nécessaire de comparer ce résultat avec celui que l'on obtiendrait si on supprimait les écrans thermiques, en maintenant la paroi à la température ambiante. On obtient dans ce cas :

$$P = \sigma \alpha_{12} S_1 (T_1^4 - T_0^4)$$

$$\approx 50 \text{ KW}$$

ce qui prouve que la présence des boucliers permet, à l'équilibre, une économie d'énergie de 80 %.

IV.3 - Durée de la mise en température.

Il est nécessaire d'évaluer le temps qu'il faut pour chauffer une masse M_1 de pièces de capacité calorifique C_1 à la température T_1 . On supposera que l'on fournit à la pièce une puissance constante P watts = 4,18 Q calories par seconde.

On négligera aussi les pertes de puissance dans le plasma (la chute de tension dans le plasma étant faible).

IV.3.1 - Mise en équation.

Soit T_1 la température de la cathode au temps t , T_2 la température du premier écran, T_3 celle du deuxième écran, T_4 celle de la paroi inférieure, T_5 celle de la paroi extérieure.

Pendant le temps dt , la cathode reçoit l'énergie $Q dt$. Cette énergie est utilisée pour chauffer la masse M_1 de dT_1 degrés et pour compenser les pertes par rayonnement entre la masse M_1 et le premier écran thermique.

Du point de vue transfert thermique, nous considérons que le réacteur est constitué de cinq étages successifs :

- 1) masse chauffée-premier écran
- 2) premier écran - deuxième écran
- 3) deuxième écran - paroi intérieure du réacteur
- 4) paroi intérieure du réacteur - calorifugeage
- 5) calorifugeage - paroi extérieure du réacteur



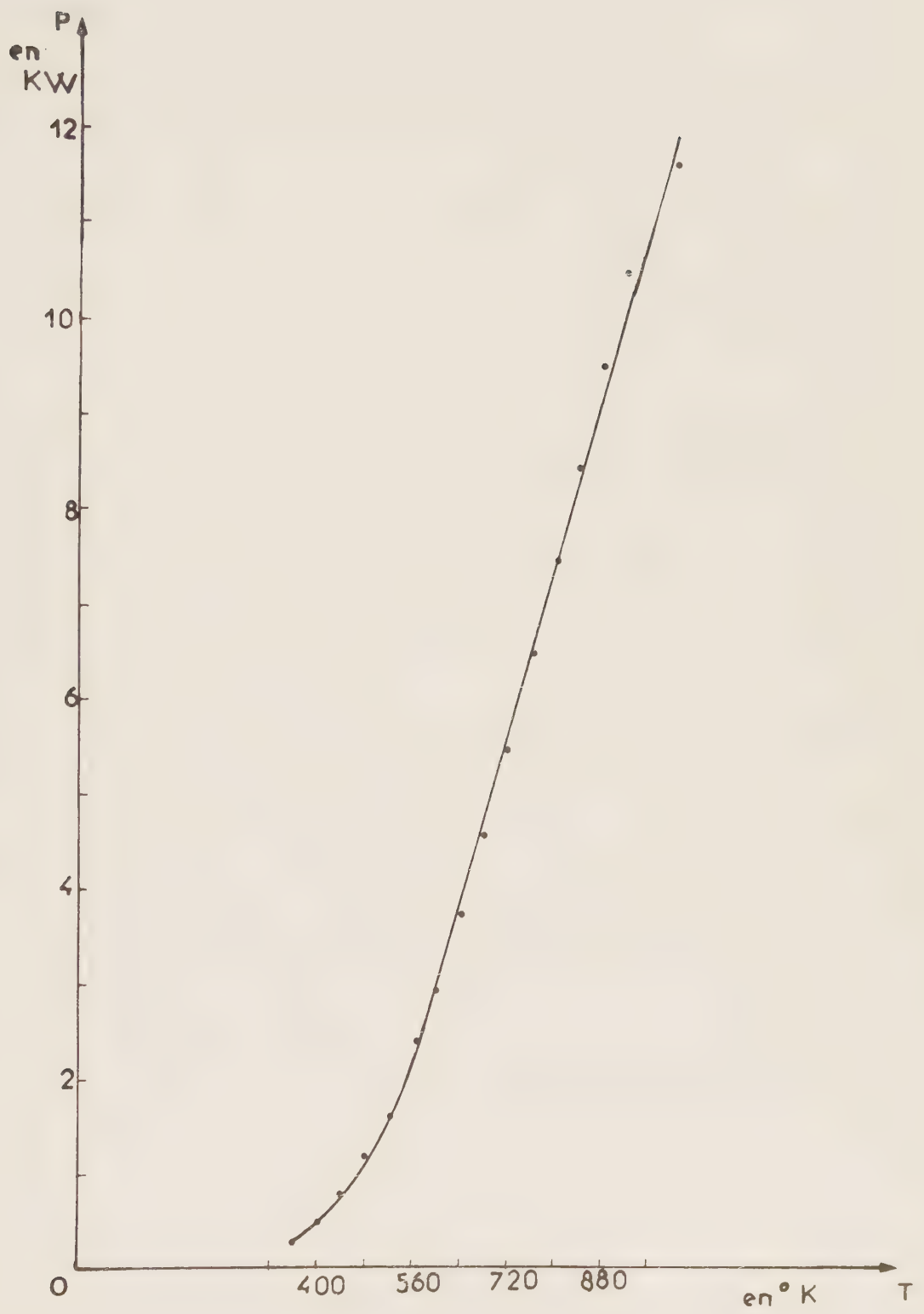


Figure 21 : Caractéristique $P(T)$



Pour ces différents étages, un raisonnement, analogue au précédent, permet d'écrire les bilans de transferts thermiques.:

$$\begin{aligned}
 1) \quad Qdt &= M_1 C_1 dT_1 + \sigma \alpha_{12} S_1 (T_1^4 - T_2^4) dt \\
 2) \quad \sigma \alpha_{12} S_1 (T_1^4 - T_2^4) dt &= M_2 C_2 dT_2 + \sigma \alpha_{23} S_2 (T_2^4 - T_3^4) dt \\
 3) \quad \sigma \alpha_{23} S_2 (T_2^4 - T_3^4) dt &= M_3 C_3 dT_3 + \sigma \alpha_{34} S_3 (T_3^4 - T_4^4) dt \\
 4) \quad \sigma \alpha_{34} S_3 (T_3^4 - T_4^4) dt &= M_4 C_4 dT_4 + Kl (T_4 - T_5) dt \\
 5) \quad Kl (T_4 - T_5) dt &= M_5 C_5 dT_5 + h_m (T_5 - T_o) \times S \times (T_5 - T_o) dt
 \end{aligned} \tag{24}$$

où

- S_1 est la surface de la cathode
- α_{12} , le coefficient d'échange déjà défini précédemment
- M_2 , la masse du premier écran
- C_2 , sa capacité calorifique
- α_{23} , le coefficient d'échange entre les deux écrans
- S_2 , la surface du premier écran
- M_3 , la masse du deuxième écran
- C_3 , sa capacité calorifique
- α_{34} , le coefficient d'échange entre le deuxième écran et la paroi intérieure.
- S_3 , la surface du deuxième écran
- M_4 , la masse de la paroi intérieure
- C_4 , sa capacité calorifique
- K , la conductibilité thermique de la laine de verre
- l , la longueur définie par la formule (18)
- M_5 la masse de la gaine en aluminium
- C_5 , sa capacité calorifique
- h_m , le coefficient des pertes par convection qui, nous l'avons vu au paragraphe précédent, est égal à :

$$\begin{aligned}
 k (T_5 - T_o)^{1/4} & \quad \text{si } T_5 - T_o < 2,9^\circ K \\
 k' (T_5 - T_o)^{1/3} & \quad \text{si } T_5 - T_o > 2,9^\circ K
 \end{aligned}$$

- S , la surface également définie au paragraphe précédent.



IV.3.2 - Calcul des coefficients.

D'une manière générale, on peut calculer ces coefficients :

- Nous supposons que $M_2 \approx M_3$ (masse des boucliers). L'épaisseur de ceux-ci étant de 2 mm et la surface totale d'environ 5 m^2 :

$$M_2 = M_3 = 5 \times 10^2 \times 0,02 \times 8 \approx 80 \text{ kg}$$

- masse M_4 de la cloche

L'épaisseur de la paroi est 5 mm. On peut approximativement l'assimiler à un tube de 1 m de diamètre et 1,35 m de haut ; ce qui conduit à :

$$M_4 \approx 250 \text{ kg}$$

- masse de la gaine d'aluminium

On l'assimilera à un tube dont la surface totale est de $9,5 \text{ m}^2$ et l'épaisseur de 1,5 mm, ce qui donne

$$M_5 \approx 40 \text{ kg}$$

- la capacité calorifique de l'acier est : $0,1 \text{ kcal/kg/}^\circ\text{C}$. Donc :

$$C_2 = C_3 = C_4 = 0,1 \text{ K cal/kg/}^\circ\text{K}$$

La capacité calorifique C_5 de l'aluminium est :

$$C_5 = 0,21 \text{ kcal/kg/}^\circ\text{K}$$

- Les autres coefficients ont été calculés au paragraphe précédent.

IV.3.3 - Résolution du système (24).

Le système (19) n'admet pas de solution analytique. On peut néanmoins faire un calcul numérique du temps de montée en température.

Plaçons nous dans le cas particulier d'une masse de 500 kg en acier et de surface $3,5 \text{ m}^2$ (ce qui correspond à peu près à la partie utile de l'en- ceinte). Nous avons calculé le temps de montée en température depuis 20°C jusqu'à 570°C .

$$\text{On a : } C_1 = 0,1 \text{ kcal/kg/}^\circ\text{C}$$

Le coefficient d'émission de l'acier est de 0,5. Donc $\alpha_{12} \leq 0,5$, valeur que nous retiendrons pour le calcul qui, de ce fait, sera donc pessimiste.

IV.3.3.1 - Principe de la méthode.

Pour résoudre le système (24), on peut utiliser une méthode numérique. Une méthode couramment employée, dans ce cas, est la méthode de RUNGE KUTTA. [13]

En posant :

$$((X)) = \begin{bmatrix} T_1 \\ T_2 \\ T_3 \\ T_4 \\ T_5 \end{bmatrix}$$

Le système (24) peut se mettre sous la forme :

$$\begin{aligned} \frac{dT_1}{dt} &= - \frac{\alpha_{12} S_1 \sigma}{M_1 C_1} T_1^4 + \frac{\alpha_{12} S_1 \sigma}{M_1 C_1} T_2^4 + \frac{Q}{M_1 C_1} \\ \frac{dT_2}{dt} &= \frac{\alpha_{12} S_1 \sigma}{M_2 C_2} T_1^4 - \frac{\sigma (\alpha_{12} S_1 + \alpha_{23} S_2)}{M_2 C_2} T_2^4 + \frac{\alpha_{23} S_2 \sigma}{M_2 C_2} T_3^4 \\ \frac{dT_3}{dt} &= \frac{\alpha_{23} S_2 \sigma}{M_3 C_3} T_2^4 - \frac{\sigma (\alpha_{23} S_2 + \alpha_{34} S_3)}{M_3 C_3} T_3^4 + \frac{\alpha_{34} S_3 \sigma}{M_3 C_3} T_4^4 \\ \frac{dT_4}{dt} &= \frac{\alpha_{34} S_3 \sigma}{M_4 C_4} T_3^4 - \frac{\alpha_{34} S_3 \sigma}{M_4 C_4} T_4^4 - \frac{K1}{M_4 C_4} T_4 + \frac{K1}{M_4 C_4} T_5 \\ \frac{dT_5}{dt} &= \frac{K1}{M_5 C_5} T_4 - \frac{K1}{M_5 C_5} T_5 - \frac{h_m (T_5 - T_o) \times S}{M_5 C_5} (T_5 - T_o) \end{aligned} \quad (25)$$

soit :

$$\frac{dX}{dt} = f(X) \quad (26)$$

La méthode de RUNGE KUTTA permet de calculer X point par point sur des intervalles de temps h petits devant la durée totale de mise en température.

Soit en effet :

$$X = X_o \text{ pour } t = t_o$$

Pour calculer $X = X_1$, pour $t_1 = t_o + h$,

on introduit les intermédiaires de calcul suivants :

$$K_1 = h f (X_0)$$

$$X_{01} = X_0 + \frac{K_1}{2}$$

$$K_2 = h f (X_{01})$$

$$X_{02} = X_0 + \frac{K_2}{2}$$

$$K_3 = h f (X_{02})$$

$$X_{03} = X_0 + K_3$$

$$K_4 = h f (X_{03})$$

où :

$$((K_1)) =$$

$$\begin{bmatrix} k_{11} \\ k_{12} \\ k_{13} \\ k_{14} \\ k_{15} \end{bmatrix}$$

$$((K_2)) =$$

$$\begin{bmatrix} k_{21} \\ k_{22} \\ k_{23} \\ k_{24} \\ k_{25} \end{bmatrix}$$

etc...

$$((X_{01})) =$$

$$\begin{bmatrix} T_{11} \\ T_{21} \\ T_{31} \\ T_{41} \\ T_{51} \end{bmatrix}$$

$$((X_{02})) =$$

$$\begin{bmatrix} T_{12} \\ T_{22} \\ T_{32} \\ T_{42} \\ T_{52} \end{bmatrix}$$

etc...

$k_{11}, k_{12} \dots, T_{11}, T_{21} \dots$ étant des intermédiaires de calcul, définis par les formules ci-dessus.

Ceci conduit à prendre pour X_1 la valeur :

$$X_1 = X_0 + \frac{K_1 + 2 K_2 + 2 K_3 + K_4}{6}$$

Il suffit donc de connaître la valeur initiale de X_0 pour déterminer X pour $t = h, t = 2h, \dots$ jusqu'à ce que X corresponde à la température T désirée.

Le problème se traite à l'ordinateur. L'organigramme correspondant est donné par la figure 22 et le programme page III.

A chaque boucle de calcul, il est nécessaire de calculer la différence $(T_5 - T_0)$ afin de connaître le régime de convection qui lui correspond (voir paragraphe IV.2.3).

Les conditions initiales sont :

$$T_1(0) = T_2(0) = T_3(0) = T_4(0) = T_5(0) = T_0 = 293^\circ\text{K}$$

REMARQUE :

Pour que le critère de calcul soit correct, il faut choisir h suffisamment petit devant le temps total de montée en température.

A priori, nous avons pris $h = 5 \text{ mn} = 300 \text{ sec}$.

Il existe une méthode permettant de vérifier si cette valeur est suffisamment petite. Nous avons déterminé au paragraphe précédent la puissance nécessaire pour maintenir à la température $T = 840^\circ\text{K}$ la masse M_1 , ainsi que les températures d'équilibre T_2, T_3, T_4, T_5 , correspondantes. Ces valeurs sont :

$$P = 8,5 \text{ KW} = 2040 \text{ cal/sec}$$

$$T_2 = 801^\circ\text{K}$$

$$T_3 = 752^\circ\text{K}$$

$$T_4 = 691^\circ\text{K}$$

$$T_5 = 385^\circ\text{K}$$

En donnant à P la valeur de 8,5 KW dans le calcul du temps de montée en température, on doit normalement constater que T_1, T_2, T_3, T_4, T_5 convergent vers les valeurs ci-dessus.

Avec $h = 300$ secondes, le calcul diverge.

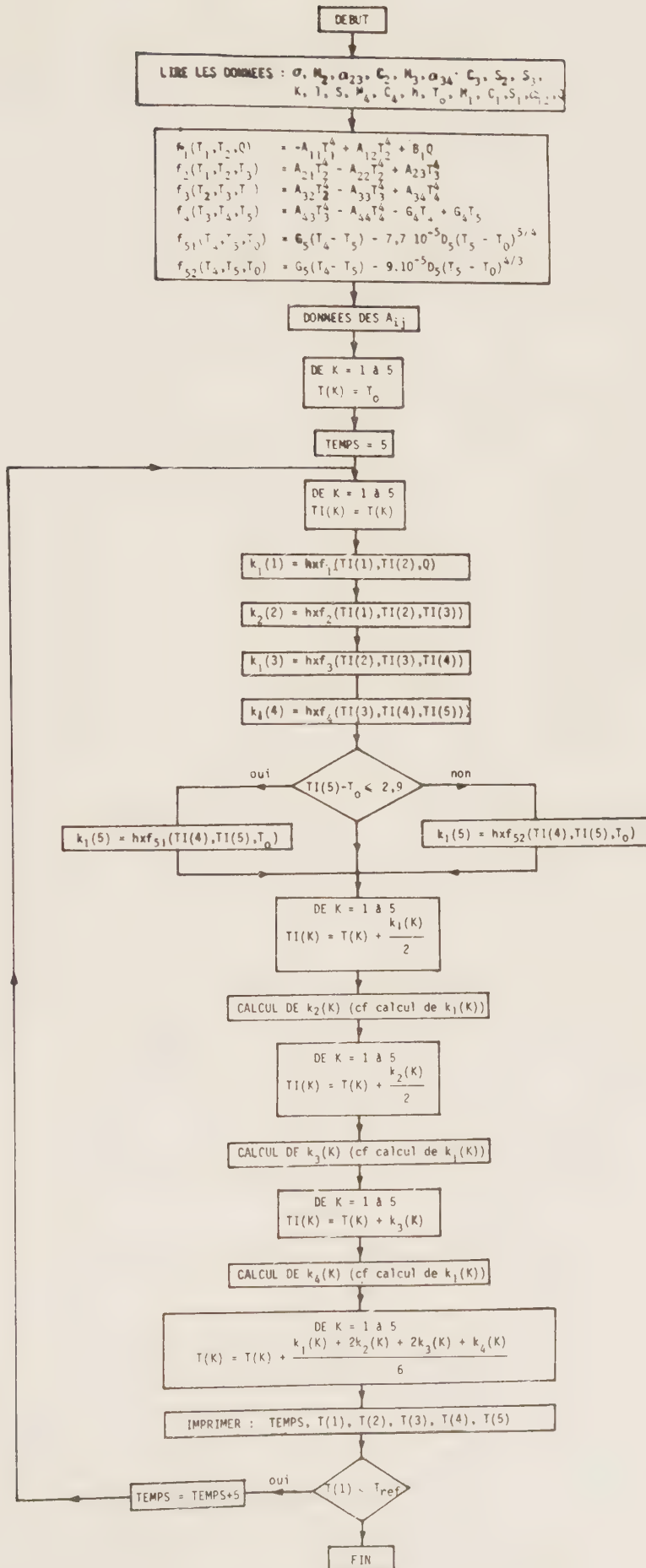


Figure 22 : Organigramme du calcul à temps de montée en température

Par contre, avec $h = 150$ secondes, T_1, T_2, T_3, T_4, T_5 convergent bien vers les valeurs attendues. Nous avons donc retenu :

$h = 150$ sec.

IV.2.3.2 - Résultats.

Nous avons calculé les temps de montée en température pour différentes puissances fournies :

PUISSANCE	DUREE DE MISE EN TEMPERATURE
4200 cal/sec = 17,5 KW	185 mn
5250 cal/sec = 21,95 KW	135 mn
6300 cal/sec = 26,35 KW	105 mn
7350 cal/sec = 30,75 KW	87,5 mn
8400 cal/sec = 35 KW	72,5 mn
10500 cal/sec = 44 KW	57,5 mn
12600 cal/sec = 52,75 KW	45 mn
16800 cal/sec = 70 KW	32,5 mn

Les résultats (temps en fonction de la puissance) sont représentés par la figure 23.

On constate que la courbe est approximativement une hyperbole dont l'équation peut s'écrire :

$$t = \frac{1900}{P-8,5}$$

où :

P est exprimé en KW

t en mn

On retrouve bien entendu l'asymptôte $P = 8,5$ correspondant à l'état d'équilibre.

Il faut remarquer que la puissance maximale utilisable est limitée. En effet, la décharge ne peut transmettre qu'une densité de puissance de quelques watts par centimètres carrés. Or, pour un cylindre, la surface de décharge est minimale par rapport à toute autre pièce comportant des parties convexes. D'autre part, l'état de surface des pièces avant le traitement, le dégazage qui se produit pendant le chauffage, limitent également la puissance maximale utilisable.

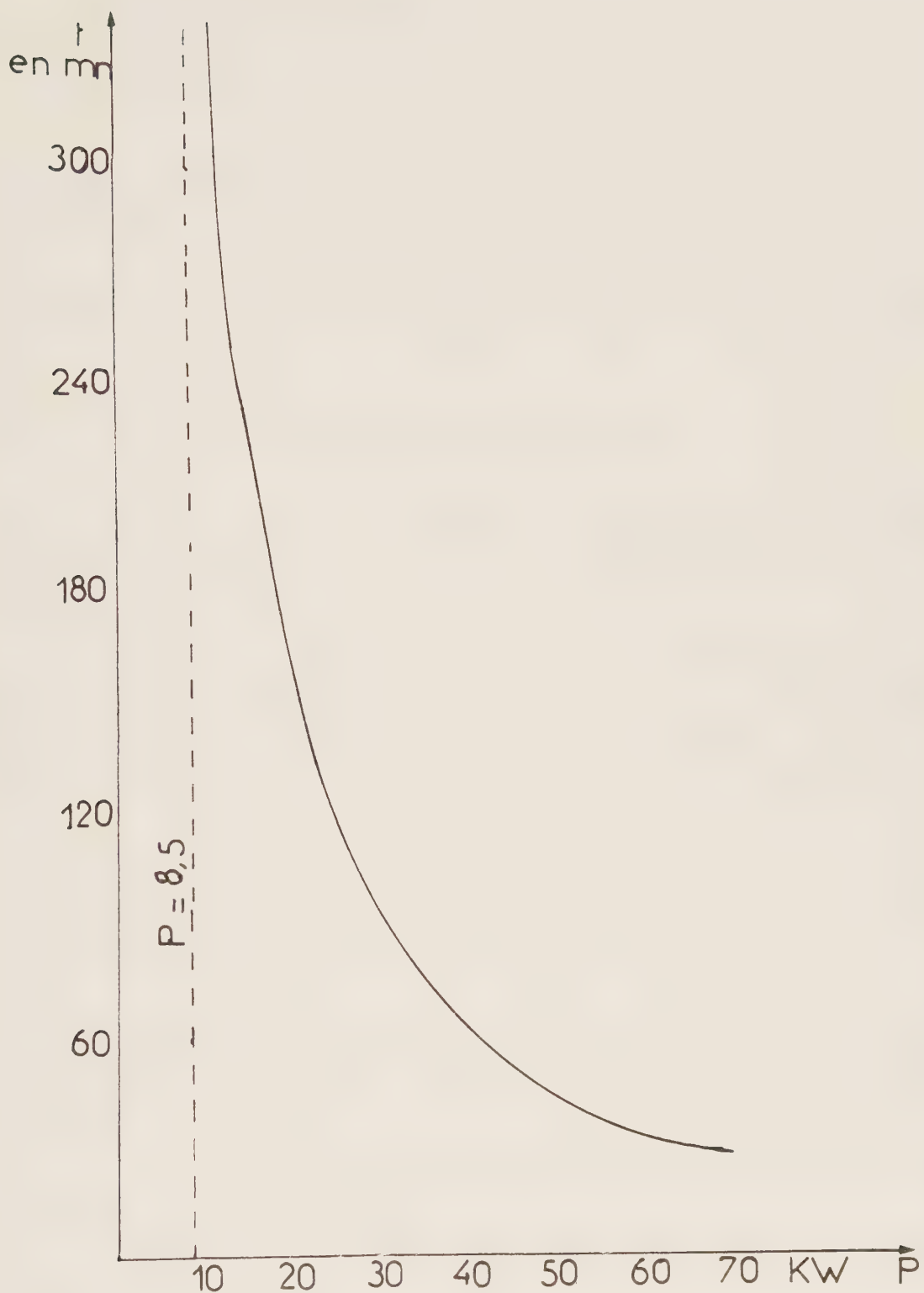


Figure 23 : Temps de montée en température en fonction de la puissance fournie

On peut estimer qu'elle est, dans l'exemple choisi, de 35 KW, ce qui donne une estimation de la mise en température de 1 heure 15 minutes environ.

IV.3.3.3 - Remarque.

Le calcul précédent montre d'autre part que, lorsque la pièce, chauffée avec la puissance de 35 KW atteint, la température de 570°C, l'équilibre thermique de l'ensemble du réacteur n'est pas atteint.

Nous allons, dans le paragraphe suivant, étudier **ce problème** de la durée de mise en équilibre du réacteur.

IV.4 - Durée de la mise en équilibre du réacteur.

On peut, à l'aide d'un programme de calcul analogue au précédent, simuler la mise en équilibre du four en supposant que la température T_1 est maintenue constante à 570°C (régulation parfaite).

A l'aide d'un seul programme, on calcule d'abord le temps de montée en température, avec une puissance constante de 35 KW, puis, l'évolution des températures T_2 , T_3 , T_4 , T_5 , et de la puissance nécessaire au maintien à 570°C. Cette puissance correspond aux pertes thermiques entre le cylindre et le premier écran, soit :

$$P = 4,18 \times \alpha_{12} S_1 \sigma (T_1^4 - T_2^4)$$

Le programme est donné en annexe page V.

La figure 24 représente les variations des températures T_1 , T_2 , T_3 , T_4 , T_5 , et de la puissance P depuis le début de la mise en température jusqu'à l'état d'équilibre du réacteur.

On constate, qu'au cours du traitement isotherme, il sera nécessaire de diminuer progressivement la puissance.

Au début de ce traitement, elle est de 18 KW environ alors qu'à l'équilibre, elle est de 8,5 KW.

On constate d'autre part que l'équilibre n'est pas atteint avant trois heures de traitement. De plus, cette valeur a été calculée en supposant l'existence d'une régulation parfaite de T_1 . Dans la réalité, une telle régulation est impossible à réaliser, le temps de mise en équilibre est donc dans ce cas, supérieur à 3 heures.

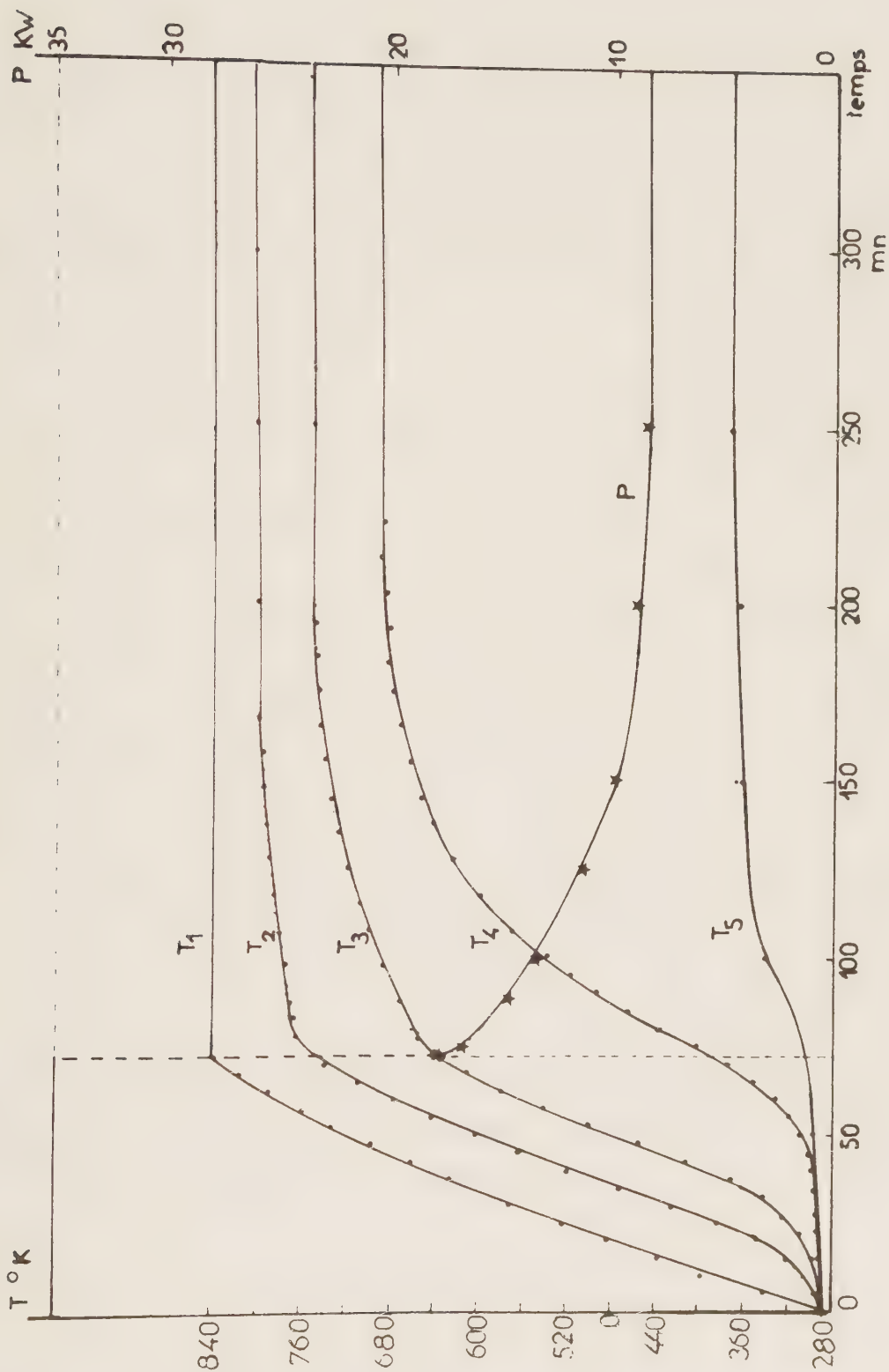


Figure 24 : Simulation de mise en température

IV.5 - Durée de refroidissement naturel.

On peut, à l'aide de la même méthode, évaluer le temps de refroidissement naturel de la même pièce, depuis la température d'équilibre de 570°C jusqu'à 200°C, température à laquelle il est possible d'introduire l'air à la pression atmosphérique dans l'enceinte et d'ouvrir celle-ci.

En effet, les équations de refroidissement sont analogues à celles de l'échauffement, en posant $Q = 0$, avec des conditions initiales correspondant à l'état d'équilibre et qui nous sont données par le calcul précédent.

Par exemple, pour :

$$T_1 = 840^\circ\text{K},$$

nous avons :

$$T_2 = 801^\circ\text{K}$$

$$T_3 = 752^\circ\text{K}$$

$$T_4 = 691^\circ\text{K}$$

$$T_5 = 365^\circ\text{K}$$

Ces conditions initiales conduisent au temps de refroidissement :

$$t \approx 565 \text{ mn} \approx 9 \text{ h } 30'$$

On peut comparer cette valeur avec celle du temps de refroidissement que l'on obtiendrait dans le cas où la paroi serait refroidie en permanence et maintenue à la température $T_0 = 293^\circ\text{K}$ (20°C), en l'absence de boucliers thermiques. Cette valeur nous est donnée par la formule (13) :

$$t = - \frac{M_1 C_1}{4 \alpha_{12} \sigma S_1 T_o^3} \left[\text{Log} \frac{T_2 - T_o}{T_3 - T_o} + \text{Log} \frac{T_2 + T_o}{T_3 + T_o} + 2 \left(\text{Arctg} \frac{T_2}{T_o} - \text{Arctg} \frac{T_3}{T_o} \right) \right]$$

$\approx 1H45'$

soit cinq fois moins de temps. Il est logique que le temps de refroidissement, dans ce cas, soit très inférieur puisque les pertes par seconde sont nettement plus grandes.

Dans le réacteur muni d'une paroi calorifugée, le temps de refroidissement est beaucoup trop important. Il faut donc prévoir un système de refroidissement forcé.

IV.6 - Générateur.

Le générateur qui alimente l'enceinte est conçu pour réaliser les différentes phases du cycle thermique des pièces à traiter, à savoir :

- le "décapage ionique" à basse pression (de l'ordre de 10^{-2} Torr) et haute tension (de 1000 à 1500 V): L'intensité est très faible et les pièces ne s'échauffent pas.

- le chauffage pendant lequel on utilise en général, le maximum de la puissance; compte tenu des calculs précédents, nous l'avons fixée à 35 KW. Nous avons montré qu'une telle puissance permet de chauffer 500 kg de pièces en une heure. La densité de puissance est alors de 1 W/cm^2 , ce qui correspond environ à la limite que la décharge peut fournir. On est en effet obligé d'effectuer le chauffage à une pression de l'ordre de 0,1 Torr et une tension de l'ordre de 1000 V (les valeurs exactes dépendant de la pièce à chauffer). A plus haute pression, lorsque les pièces sont encore à la température ambiante, la décharge n'est pas homogène sur toute la surface de la cathode.

La limite entre la phase de décapage et la phase de chauffage n'est pas très nette : le décapage se poursuit en effet pendant la montée en température jusqu'à 200°C à cause du dégazage des pièces métalliques. Jusque là il n'est pas possible d'utiliser toute la puissance car les amorçages sont très fréquents et risquent de détériorer le système de coupure. On augmente donc progressivement la puissance jusqu'à ce que le décapage soit terminé.

- le traitement isotherme pendant lequel, dans l'exemple choisi, la puissance nécessaire varie de 18 KW à 8,5 KW.

Le principe de fonctionnement du générateur est analogue à celui du générateur de 2,4 KW que nous avons décrit au chapitre 1. Il fournit une tension monophasée redressée double alternance dont l'effet sur la stabilité de la décharge a déjà été montré. Il est aussi muni d'un système de coupure d'arc.

IV.6.1 - Alimentation -commande de puissance.

L'alimentation est monophasée 0-220 V, la variation de puissance est obtenue à l'aide d'inductances saturables dont l'avantage est de limiter le courant de court-circuit à une valeur supportable par tous les composants.

Un alternostat suivi d'un circuit de redressement permet de faire varier le courant de commande (continu) des inductances. On peut ainsi faire varier la puissance de 500 W à 35 KW.

IV.6.2 - Stabilité, coupure d'arc.

Les inductances saturables servent aussi à stabiliser la décharge et à limiter le courant en cas d'amorçage d'arc.

Par définition leur impédance dépend de l'intensité du courant de commande et de l'intensité de courant qui les traverse. Leurs caractéristiques tension-efficace-courant-efficace ne sont pas des droites. En court-circuit, le courant est une fonction linéaire du courant de commande. Au minimum, (à courant de commande nul), le courant de court-circuit est limité à sa valeur nominale. Au maximum, il est limité à deux fois sa valeur nominale.

Ainsi, lorsqu'un arc s'amorce, les électrodes sont court-circuitées par deux thyristors comme pour le générateur de 2,4 KW. L'intensité du courant de court-circuit atteint alors au maximum le double de sa valeur nominale. Mais les composants ne peuvent supporter celle-ci que pendant

une fraction de seconde : Pour éviter leur destruction, un relais temporisé déclenché en même temps que les thyristors (mais avec un temps de réponse plus important, de l'ordre du dixième de seconde), permet de réduire le courant de commande des inductances à une valeur négligeable et, par la suite, de réduire l'intensité du courant de court-circuit.

Lorsque l'arc est désamorcé, la tension appliquée aux électrodes remonte progressivement à sa valeur initiale.

IV.6.3 - Transformateur H.T. pont redresseur.

La tension est élevée par un transformateur monophasé et redressée par un pont de Graetz à diodes (chaque branche comporte deux diodes en série, équilibrées statiquement et dynamiquement).

Le transformateur comprend deux sorties secondaires :

- l'une correspondant à une tension moyenne redressée de 700 V et pouvant débiter un courant moyen redressé de 50 A.
- l'autre correspondant à 1000 V et 35 A.

Le choix de la gamme de tension s'effectue en fonction de la nature du traitement, de la forme des pièces à traiter et des diverses phases du traitement déjà décrites. En général, comme nous l'avons déjà signalé, la phase de décapage et de chauffage est réalisée à 1000 V et le traitement isotherme dans la gamme de 400 à 700 V.

Les différentes études que nous avons développées dans ce chapitre nous ont permis de simuler un cycle de traitement thermique et de définir les caractéristiques du générateur nécessaire pour la réalisation d'un tel cycle.

Ce générateur ainsi que l'enceinte que nous avons décrite au début de ce chapitre sont actuellement en fonctionnement au Laboratoire de Génie Métallurgique ; les résultats obtenus sont en bonne concordance avec les calculs qui précèdent.

C H A P I T R E V

APPLICATIONS METALLURGIQUES

Bien que les propriétés de la décharge puissent être utilisées pour de nombreux traitements de surface métallique, nous nous limiterons dans ce paragraphe, à l'application aux traitements par l'azote et le carbone des aciers et à la nitruration du titane.

V.1 - Nitruration et carbonitruration des aciers.

V.1.1 - Généralités. (14)

Ces traitements superficiels des aciers sont connus depuis longtemps. Ils permettent, en particulier, d'améliorer l'endurance de ces alliages aux efforts alternés. Ils consistent à faire réagir le milieu ambiant sur la surface de la pièce d'acier pour fixer un élément d'insertion qui diffuse vers l'intérieur. On obtient ainsi un gradient de concentration dans les couches externes du métal qui conduit à un accroissement des propriétés liées aux états de surface et aux défauts superficiels (en particulier la fatigue) tout en conservant les caractéristiques à coeur du matériau.

L'élément utilisé peut être l'azote ou le carbone ou les deux simultanément. Les différentes couches obtenues s'expliquent à partir des diagrammes d'équilibre Fe-N ou Fe-C ou du diagramme ternaire Fe-C-N.

Le diagramme d'équilibre Fe-N (figure 25) ⁽¹⁵⁾ nous montre les phases qui apparaissent suivant la température et la concentration en azote :

- En dessous de 591°C, (qui correspond à la transformation allotropique α - γ , pour de faibles concentrations d'azote : $< 0,4$ at.%) on obtient de l'azote en insertion dans le réseau α du fer.

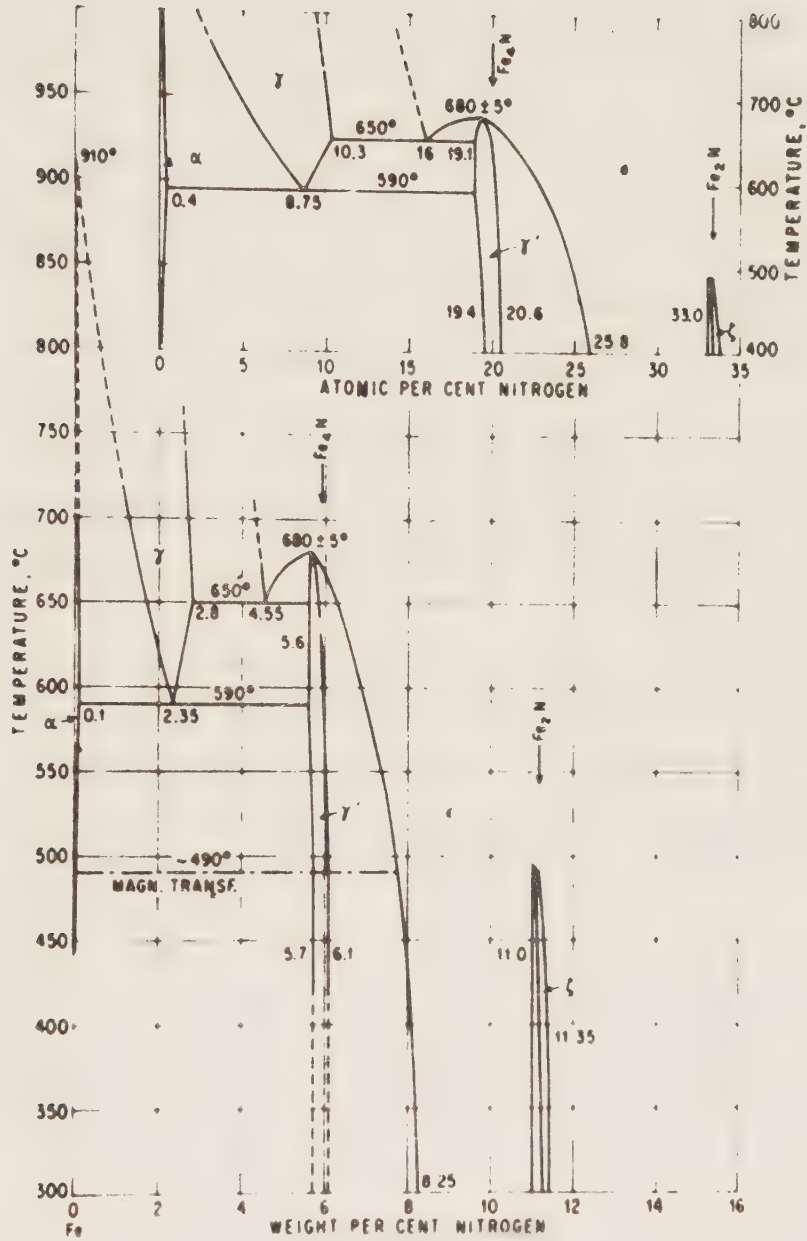


Figure 25 : Diagramme d'équilibre Fer-Azote

Pour des concentrations de 0,4 à 19,4 at.%, on se trouve dans le domaine biphasé où la ferrite α et le nitrure de fer Fe_4N sont stables. Ce nitrure, qui se précipite sous forme de plaquettes dans la matrice, n'est pas parfaitement cohérent par rapport au réseau α et n'augmente que faiblement la dureté et la résistance à la fatigue de la pièce en acier.

On observe successivement :

- aux concentrations voisines de 20 at.%, le nitrure Fe_4N
- entre 20,8 et 25,8 at.%, le domaine biphasé des nitrures γ' et Fe_{2-3}N (phase ϵ).
- au-delà de 25,8 at.%, le domaine de ϵ seule.
- Au-dessus de 591°C, apparaissent le domaine biphasé $\alpha + \gamma$ avec azote en insertion, le domaine de la solution solide d'azote dans l'austénite et le domaine $\gamma + \gamma'$.

Ce diagramme montre qu'il peut exister plusieurs types de nitruration des aciers au carbone ou alliés conduisant à plusieurs types de couches différentes :

- On peut réaliser uniquement (à faible potentiel azote) une couche de diffusion qui correspond à une simple insertion d'azote dans le réseau cristallin du fer. On obtient ainsi un durcissement limité qui peut néanmoins augmenter la résistance à la fatigue.

- On peut, en plus, compléter cette couche en surface par une couche de combinaison composée de nitrures ϵ et γ' . La présence simultanée des deux rend la couche superficielle fragile. Par contre, la présence d'une seule de ces nitrures a l'avantage d'améliorer la résistance à l'usure et les propriétés de frottement sans accroître la fragilité superficielle.

V.1.2 - Techniques de nitruration ; nitruration par bombardement ionique.

Actuellement, les techniques les plus utilisées sont la nitruration en phase gazeuse et la nitruration en bain de sels.

La première consiste en un chauffage des pièces à traiter sous atmosphère gazeuse contenant de l'ammoniac.

La deuxième est un traitement dans un bain chaud de sels contenant des cyanures.

Ces deux techniques permettent, dans certains cas, de réaliser les trois types de traitements décrits ci-dessus. Mais ces procédés ne sont pas applicables à toutes les nuances d'acier. D'autre part, ils ne permettent pas de contrôler avec précision l'épaisseur de la couche de combinaison qui peut être soit irrégulière, soit trop épaisse, nécessitant une reprise en usinage de la pièce pour éliminer une "couche blanche" trop fragile.

Ces inconvénients proviennent de la difficulté à contrôler et à régler les potentiels azote et carbone. Ces potentiels sont déterminés par un petit nombre de paramètres (température et composition du mélange gazeux initial) qui ne permettent pas de les faire varier de façon suffisante.

L'utilisation d'une décharge dans un gaz permet de pallier ces limitations. D'une part, la décharge produit elle-même l'échauffement des pièces à traiter, dont la température est fixée par le réglage des paramètres de pression et de tension (Chapitre III).

D'autre part, les potentiels carbone et azote sont également réglés par la tension de la décharge, la pression, et surtout la composition du gaz.

Nous verrons plus loin que la nitruration par bombardement ionique possède encore de nombreux avantages par rapport aux procédés "classiques".

V.1.3 - Nitruration des aciers au carbone.

Si l'on réalise un traitement dans l'ammoniac à 570°C sur un échantillon en fer, à une pression de 3 Torrs, on observe en surface une couche de combinaison correspondant à une succession de phases de moins en moins riches en azote (Figure 26).⁽¹⁶⁾

Sous cette couche de combinaison, l'azote a diffusé dans la ferrite. Dans cette zone, au cours du refroidissement, est apparue une abondante précipitation de nitrure de fer Fe_4N sous forme d'aiguilles. Une trempe rapide permet d'éviter cette précipitation.

Cela montre, que, sans contrôle du potentiel azote, on ne peut éviter la formation d'une couche de combinaison biphasée $\epsilon + \gamma'$.

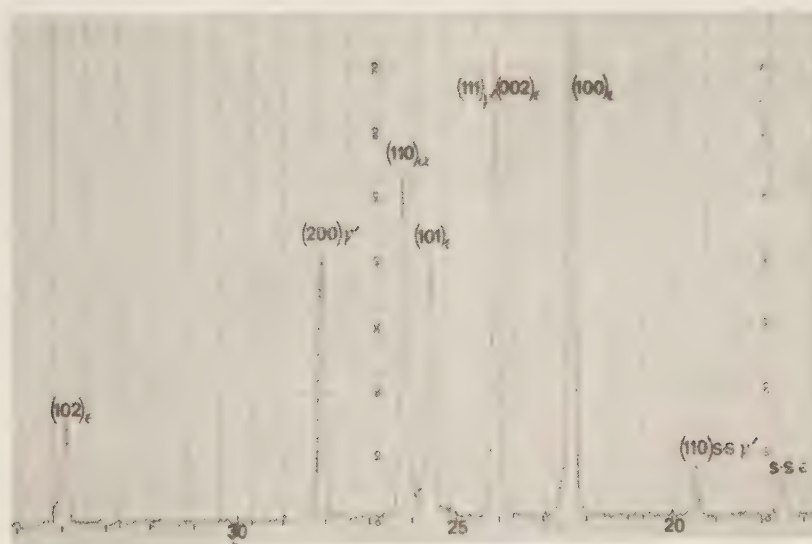
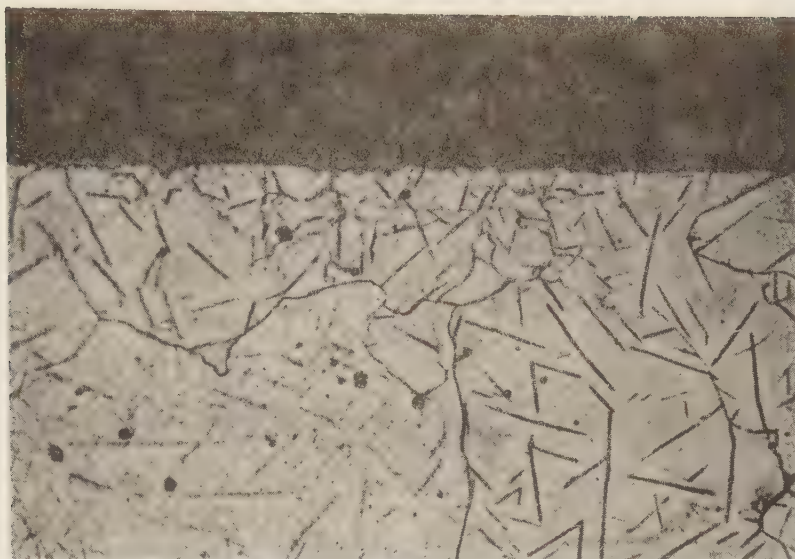


Figure 26 : Micrographie d'une coupe d'échantillon nitruré dans NH_3
Diagramme de diffraction des rayons X

Par contre, en diminuant le potentiel azote (en utilisant par exemple une décharge dans $N_2 + H_2$ ou $N_2 + Ar$ avec une pression partielle de N_2 inférieure à $2,2 \cdot 10^{-4}$ atm.), on ne forme que la phase γ' seule ⁽¹⁶⁾. On peut aussi, en diminuant encore la pression partielle de l'azote, n'obtenir aucun nitrure en surface mais uniquement une diffusion dans la ferrite (c'est le traitement dit de "nitruration douce").

CONFENTE et MICHEL ⁽¹⁶⁾ ont montré qu'on pouvait effectuer ces deux traitements sur tous les aciers au carbone.

On peut également réaliser des traitements avec formation de la phase ϵ seule en surface. Pour cela, il faut utiliser un mélange gazeux contenant du carbone. En effet, le diagramme Fe-C-N fait apparaître, à 570°C un domaine de stabilité important du nitrure ϵ , avec au contraire une réduction du domaine de stabilité de γ' : ϵ peut contenir jusqu'à 3,7 % en poids de carbone. Ce domaine apparaît pour un rapport de concentrations C/N bien précis et fonction de la teneur en carbone de l'acier à traiter. Si la composition du mélange gazeux est telle que ce rapport est trop faible, il se formera en surface du nitrure γ' . S'il est trop élevé, il apparaîtra une couche de cémentite Fe_3C , qui bloque la diffusion.

En résumé, la nitruration ionique permet de réaliser sur les aciers au carbone les trois types de traitement :

- couche de diffusion
- couche γ' + couche de diffusion
- couche ϵ + couche de diffusion

Dans chaque cas, l'épaisseur des couches croît avec le temps et la cinétique de croissance suit les lois classiques de la diffusion.

V.1.4 - Nitruration des aciers alliés.

Les principes que nous venons de donner peuvent être étendus aux aciers alliés. Mais, en général, les éléments d'alliage jouent un rôle important sur la nature des constituants dans la couche de combinaison et dans la couche de diffusion.

Par exemple, des études ont été faites au L.G.M. ⁽¹⁷⁾ sur la nitruration des aciers inoxydables 18/10 (18 % de Cr et 10 % de Ni). Elles ont mis en évidence la formation de nitrure de chrome (CrN) en dessous des couches Fe_4N et $Fe_{2,3}N$ et l'augmentation de la dureté (1200 vickers).

Un autre exemple est celui de l'acier 30 CD 12 : on peut réaliser les trois types de traitements décrits plus haut. Mais, au cours du traitement de formation de la couche ϵ seule, on constate qu'il se développe, dans la couche de diffusion, un réseau de nitrures ou carbonitrures qui peuvent conduire à un écaillage important. Pour l'éviter, on réalise un traitement en deux temps :

- nitruration douce

- formation rapide de ϵ de sorte que les réseaux de nitrures et carbonitrures n'aient pas le temps de se former.

Les études déjà réalisées ou encore en cours montrent qu'il est possible d'adapter les paramètres du traitement pour réaliser la configuration la plus apte à résoudre le problème technologique posé. (16)

V.1.5 - Avantages de la nitruration par bombardement ionique.

Nous venons de montrer l'intérêt métallurgique du procédé. On peut aussi noter :

- une plus grande compacité des couches formées
- la limitation du gonflement des pièces traitées due à l'absorption d'azote et de carbone (qui, avec les procédés "classiques" nécessite souvent un réusinage après traitement). Cette limitation est la conséquence du phénomène de pulvérisation cathodique.
- une amélioration de l'état de surface.
- une grande régularité d'épaisseur des couches même dans le cas de formes particulières (creux, etc..).
- enfin, un accroissement important de la cinétique de formation des couches.

Nous verrons plus loin, lors de l'étude du mécanisme de la formation des couches, à quoi tiennent tous ces avantages.

Sur le plan technique, il faut enfin signaler, outre une grande souplesse dans le réglage des paramètres du traitement, l'absence de pollution.

V.2 - Nitruration du titane.⁽¹⁸⁾

Comme le fer et les aciers, le titane peut être durci superficiellement par un traitement de nitruration ionique. Le diagramme d'équilibre Ti-N (Figure 27) ⁽¹⁹⁾ permet de comprendre la formation des couches.

Ce diagramme montre en effet que, si on porte un échantillon de titane à 900°C en présence d'atomes d'azote, celui-ci est absorbé à la surface du métal et diffuse vers le coeur. On obtient plusieurs couches correspondant aux phases de moins en moins riches en azote du diagramme d'équilibre :

- en surface, il se forme une couche TiN très dure (1600 HV) et une couche ϵ de dureté un peu moins grande (1000 HV).
- en dessous, on trouve une zone α avec de l'azote en solution, de dureté 300 HV.
- enfin, la phase α de la matrice de l'échantillon.

On obtient ainsi un échantillon de dureté superficielle très élevée et possédant de bonnes propriétés de résistance au frottement et à la corrosion dans certains milieux.

On peut, de la même façon, nitrurer des alliages de titane (TA6ZW de type α , TA6V de type $\beta + \alpha$, TA6V6E2).

Pour réaliser ces traitements, il suffit d'utiliser une décharge dans l'azote aux pressions de 1 à 10 Torr. On obtient facilement la température de 800 à 1000°C en utilisant une tension de 500 à 1000 V. En une heure de traitement à 950°C, il se forme une couche de 10 μ m du titane.

On peut en principe nitrurer le titane et ses alliages par voie gazeuse, comme dans le cas des aciers. Mais, pratiquement, c'est très difficile à réaliser. En effet, il est possible, comme pour le fer, d'utiliser de l'ammoniac ou des mélanges $\text{NH}_3 + \text{N}_2$, mais l'hydrogène forme avec le titane des hydrures qui le fragilisent. Dans l'azote pur, le traitement chimique conduit à une formation de nitrures très peu adhérents et la cinétique est très lente, l'azote ne se dissociant pratiquement pas à cette température.

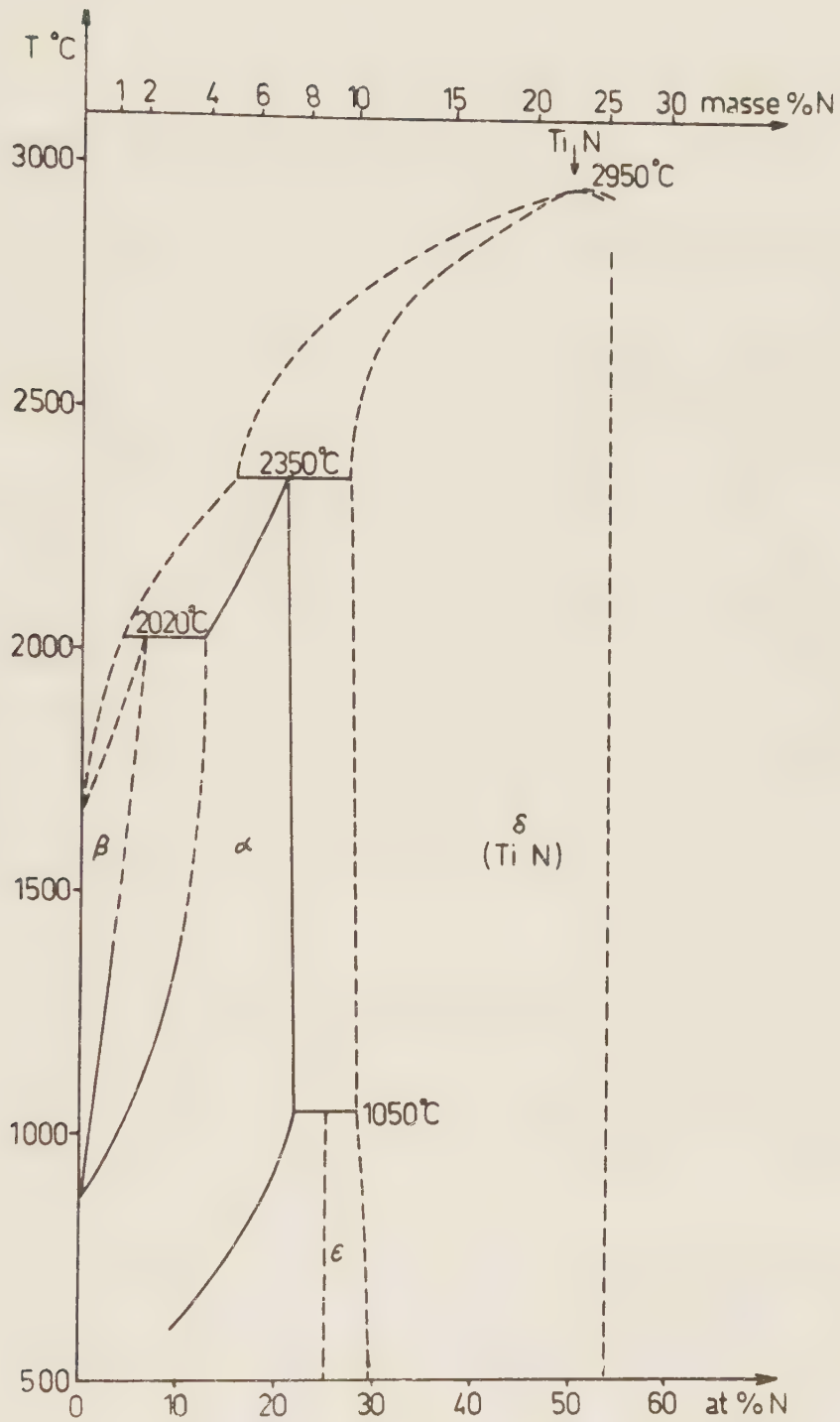


Figure 27

Diagramme d'équilibre de phases du système titane-azote

V.3 - Autres traitements de surface.

La décharge permet de réaliser de nombreux autres traitements de surfaces métalliques :

- on peut par exemple utiliser une décharge dans l'oxygène pour oxyder des échantillons ou, au contraire, une décharge dans l'hydrogène pour les dépassiver.

- une autre application potentielle semble avoir un intérêt plus important. Il s'agit de la vapodéposition de couches métalliques.

En effet, en amorçant la décharge dans une atmosphère contenant un composé volatile du métal à déposer, des ions métalliques sont susceptibles de se former, d'être implantés en surface et, sous l'effet de la température, de diffuser dans le substrat. La formation des ions métalliques actifs peut être complétée par une réaction chimique dans la décharge, soit une simple réduction par l'hydrogène, soit l'action d'un gaz tel que l'azote afin d'obtenir directement un dépôt de nitrure. Les composés volatiles des éléments métalliques sont le plus souvent des halogénures.

V.4 - Mécanisme de la formation des couches superficielles.

L'influence des paramètres de la décharge sur la formation des couches est un problème assez complexe. Plusieurs mécanismes ont été suggérés.

.(20)

V.4.1 - Mécanisme proposé par KOELBEL

KOELBEL a recueilli et analysé les matériaux pulvérisés au cours d'une nitruration ionique dans des mélanges azote-hydrogène. Il propose la formation dans la décharge d'un nitrure de fer FeN . Cependant, ce composé n'apparaît pas dans le diagramme Fe-N . D'après KOELBEL, ce serait un nitrure instable qui se formerait par réaction entre les atomes de fer pulvérisés et les ions azote. Il se déposerait par rétroaction sur la cathode, où il serait adsorbé, donnant naissance aux nitrures Fe_{23}N et Fe_4N qui, eux, sont stables.

Le mécanisme prépondérant serait donc l'éjection d'atomes métalliques de la cathode et les réactions dans la décharge. Or, la pulvérisation cathodique, nous l'avons vu, dépend de la tension et de la pression. D'après ce mécanisme, l'influence de ces deux paramètres serait donc prépondérante dans la formation des couches par rapport aux autres paramètres (composition du gaz...).

Ainsi, pour former une couche de γ' seule, il suffit d'utiliser une décharge dans l'ammoniac, fixer la pression à une valeur relativement basse, et la tension à une valeur relativement élevée, de manière, d'une part à chauffer la cathode à la température nécessaire et, d'autre part, à éliminer par une pulvérisation suffisante la couche Fe_2N au fur et à mesure qu'elle se forme.

Par contre, pour former ϵ seule, il faut établir la décharge à une pression supérieure. La pression du mélange dépendra de la teneur en carbone des pièces traitées puisque ce carbone réagit dans le plasma après pulvérisation cathodique.

(21)

V.4.2 - Mécanisme proposé par Martin HUDIS

Les travaux récemment publiés par M. HUDIS attribuent un rôle plus prépondérant à l'action et à la nature des ions formés dans la décharge. D'après lui, la formation des couches ne peut s'expliquer ni par un phénomène d'adsorption ni d'après les lois des équilibres thermodynamiques entre phases et les lois de la diffusion.

Ces conclusions sont tirées des résultats de plusieurs expériences réalisées sur des échantillons d'acier contenant 0,4% de carbone :

- d'une part, un échantillon chauffé par induction sans être soumis à un bombardement ionique (ou à un bombardement de très faible énergie), en présence d'azote. Dans ces conditions, il ne se forme aucune couche nitrurée.

- d'autre part, un échantillon de même nature est chauffé par bombardement ionique à la température de 570°C , dans un mélange gazeux comprenant de l'azote et dont la pression totale est 6 Torr. Au cours du traitement, les ions formés dans la décharge sont analysés à l'aide d'un spectromètre de masse.

Dans un mélange $\text{N}_2 + \text{Ar}$, on trouve en majeure partie, des ions du type N_+ , N_{+2} , N_{+3} , N_{+4} . Avec un mélange $\text{N}_2 + \text{H}_2 + \text{Ar}$, on trouve en majeure partie des ions tels que NH_+ , NH_{+2} , NH_{+3} , NH_{+4} etc... Enfin, avec un mélange $\text{N}_2 + \text{H}_2$, on trouve : H_+ , H_{+2} , H_2^+ etc...

Une analyse des couches formées dans chacun des cas montre que c'est avec le mélange $N_2 + H_2$ qu'elles sont les plus épaisses. Martin HUDIS en déduit que l'action des ions du type NH_{+n} joue un rôle prépondérant dans la formation des couches. D'autre part, il a recueilli et analysé le matériau pulvérisé. Il a trouvé qu'il s'agit de nitrures $Fe_4 N$, ce qui semble en contradiction avec les travaux de KOELBEL.

V.4.3 - Conclusions.

Comme nous l'avons vu, au début de ce chapitre, et contrairement à l'interprétation de M. HUDIS, les études réalisées au L.G.M. montrent que la formation des couches s'explique très bien par les lois de la thermodynamique et de la diffusion. Or, de fait, ce résultat n'est pas contradictoire avec les expériences de

S'il n'y a pas de réaction en présence d'azote sans décharge ionique c'est parce que l'azote ne se dissocie pas à la température de $570^{\circ}C$. Dans ces conditions, on comprend qu'il n'y ait pas de réaction de diffusion. Au contraire, si l'expérience est réalisée dans les mêmes conditions mais en présence d'ammoniac, qui se dissocie à cette température, la réaction de diffusion peut se développer.

Quant à la deuxième série d'expériences qui montrent la nécessité de la présence d'hydrogène pour qu'il y ait une réaction, elle s'explique par le fait que l'acier utilisé est un acier riche en carbone (0,4%). Nous avons vu précédemment que dans ces conditions il fallait un élément décarburant tel que l'hydrogène. Nous avons montré qu'il est par contre tout à fait possible de nitrurer le fer et les aciers par bombardement ionique dans l'azote pur.

Néanmoins, les expériences de M. HUDIS (notamment l'analyse spectrométrique) montrent que les ions, leur nature, les taux d'ionisation, jouent un rôle important dans la formation des couches. Ce sont eux qui déterminent les potentiels des divers éléments à la surface de l'échantillon.

Les réactions superficielles qui se produisent à la surface même du métal jouent un rôle important notamment sur la cinétique de croissance des couches. Pour étudier ce rôle nous avons recueilli et analysé (par diffraction des rayons X) les produits pulvérisés. Si nous n'avons pas mis en évidence, comme KOELBEL, la formation d'un composé FeN , nous avons constaté que les produits pulvérisés étaient, en général, plus riches en azote et en carbone que la couche d'

combinaison formée à la surface de l'échantillon. Par exemple, dans le cas de la formation de Fe_4N , on recueille une pulvérisation de Fe_2N . Dans le cas de la formation de Fe_2N , on recueille Fe_3C .

On forme donc en surface des produits riches en azote et carbone qui se décomposent ensuite suivant le diagramme d'équilibre. Dans ces conditions, seule la diffusion du carbone et de l'azote contrôle la cinétique de croissance de la couche. Au contraire, le plus souvent, dans les procédés classiques (notamment le traitement en phase gazeuse), c'est la cinétique de formation du composé contrôlée par réaction entre les atomes actifs résultant du craquage pyrolithique du gaz et la surface du métal qui contrôle la réaction. Le procédé de nitruration ionique permet d'atteindre les vitesses optimales de croissance des couches, ce qui explique l'accroissement de la cinétique de leur formation.

En résumé, ce sont les potentiels des divers éléments (azote, carbone, hydrogène) qui règlent la formation des couches. Ces concentrations superficielles sont essentiellement réglées par la pression partielle d'azote, de méthane, d'hydrogène et par la tension. Cependant ce dernier paramètre est de faible importance. Bien que le taux d'ionisation dépende de la tension, la faible gamme des tensions utilisées (500 à 1000 V) conduit à un taux d'ionisation sensiblement constant à pression constante.

La pulvérisation cathodique joue, d'autre part, un rôle très important sur la souplesse d'utilisation du procédé. Ainsi, par exemple, dans le cas de la formation en surface d'une couche ϵ , un excès de carbone dans l'atmosphère peut être toléré : le film de cémentite qui se forme alors est éliminé par pulvérisation cathodique ; ce réglage correspond au développement avec la plus grande vitesse de la couche de nitrure Fe_2N .

C O N C L U S I O N S

L'étude du régime de décharge nous a permis d'établir un certain nombre de corrélations expérimentales entre les principaux paramètres, tension, densité de courant, pression et nature du gaz. En fait le nombre des paramètres est beaucoup plus important, et nous n'avons pas étudié en détail leur influence. C'est ce qui explique sans doute, compte tenu de la grande imprécision de nos mesures, que les corrélations que nous avons établies ne peuvent être interprétées dans le cadre des théories actuelles de la décharge lumineuse anormale. Une étude physique beaucoup plus fine serait nécessaire ; il faudrait notamment déterminer, avec une grande précision les valeurs des paramètres et coefficients caractéristiques de la décharge dans la zone de chute cathodique, analyser la nature des ions qui bombardent la cathode.

Néanmoins, les résultats que nous avons obtenus nous ont permis de définir les conditions optimales de fonctionnement correspondant aux différentes phases d'un cycle de traitement : décantage ionique des surfaces, chauffage des pièces, traitement en condition isotherme.

L'étude du mécanisme de la décharge a d'autre part permis de concevoir un passage de courant-support de décharge de construction simple et d'une fiabilité suffisante pour être utilisé industriellement. Elle a enfin permis de mettre en évidence certaines limites du procédé relative en particulier à la forme des pièces

Sur la base des courbes expérimentales que nous avons tracées, nous avons pu concevoir et réaliser, un réacteur de dimensions industrielles alimenté par un générateur électrique d'une puissance de 35 KVA. Ce générateur fournit une tension dont la forme (sinusoïde redressée double alternance) favorise une plus grande stabilité de la décharge, et limite en particulier les amorçages d'arc.

L'étude thermique que nous avons développée a deux conséquences importantes :

- Nous avons montré que les pertes thermiques sont dues essentiellement au rayonnement ce qui nous a permis de concevoir un isolement thermique de l'enceinte qui les limite au maximum.

Evidemment la durée de refroidissement naturel est très importante Cet inconvénient a été évité par la mise en place d'un système de refroidissement forcé à l'aide d'une turbine.

- la simulation des lois de variation de la puissance dissipée au cours du chauffage et du maintien isotherme, jointe à l'étude des relations entre les paramètres de la décharge ; nous permet d'aborder le problème de l'automatisation complète du procédé, c'est à dire l'automatisation de toutes les phases de traitement (décapage, montée en température, traitement isotherme, refroidissement). Cela conduit aussi à envisager la réalisation de traitements séquentiels programmés en vue d'optimiser les propriétés superficielles du matériau traité.

La technique de traitements de surfaces par bombardement ionique de haute intensité est donc dès à présent opérationnelle à grande échelle. Dans l'installation que nous avons mise au point ont déjà été traitées en une seule fois, et avec des résultats satisfaisants, plusieurs centaines de kilos de pièces.

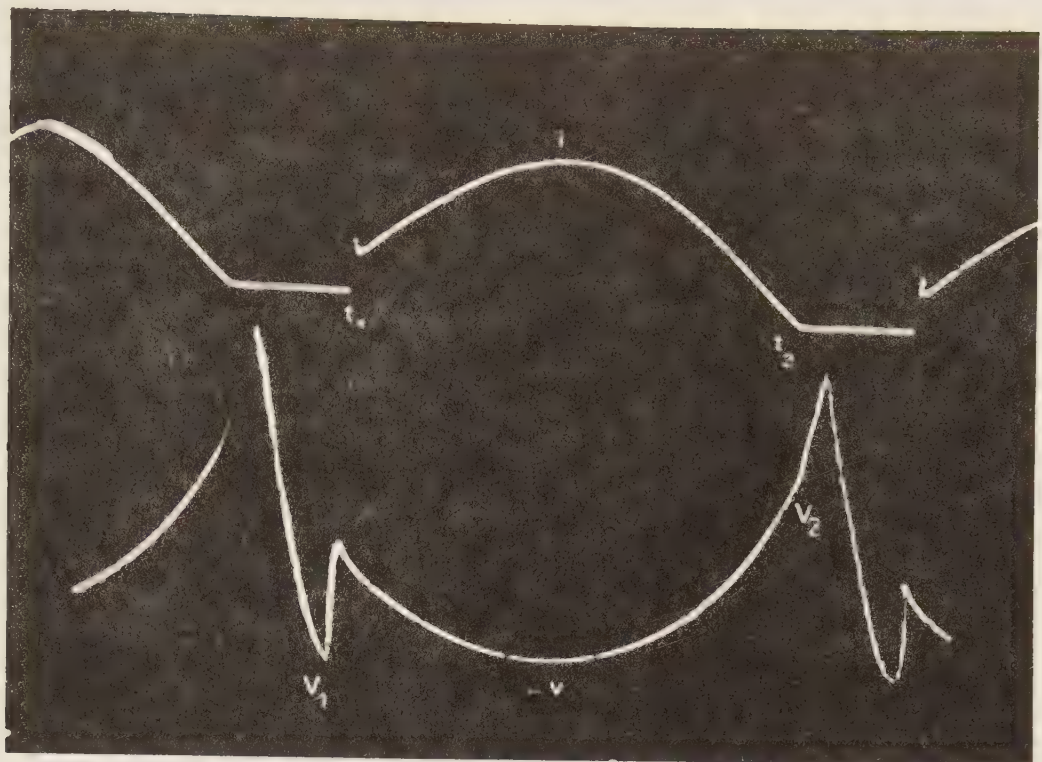
Le champ d'application de cette technique est très vaste et n'a pas encore été totalement exploré. Le Laboratoire de Génie Métallurgique envisage dans l'immédiat, outre la poursuite des études engagées, la mise au point d'une installation de carbonitruration qui nécessite un traitement à des températures de l'ordre de 800°C suivie d'une trempe suffisamment rapide.

- BIBLIOGRAPHIE -

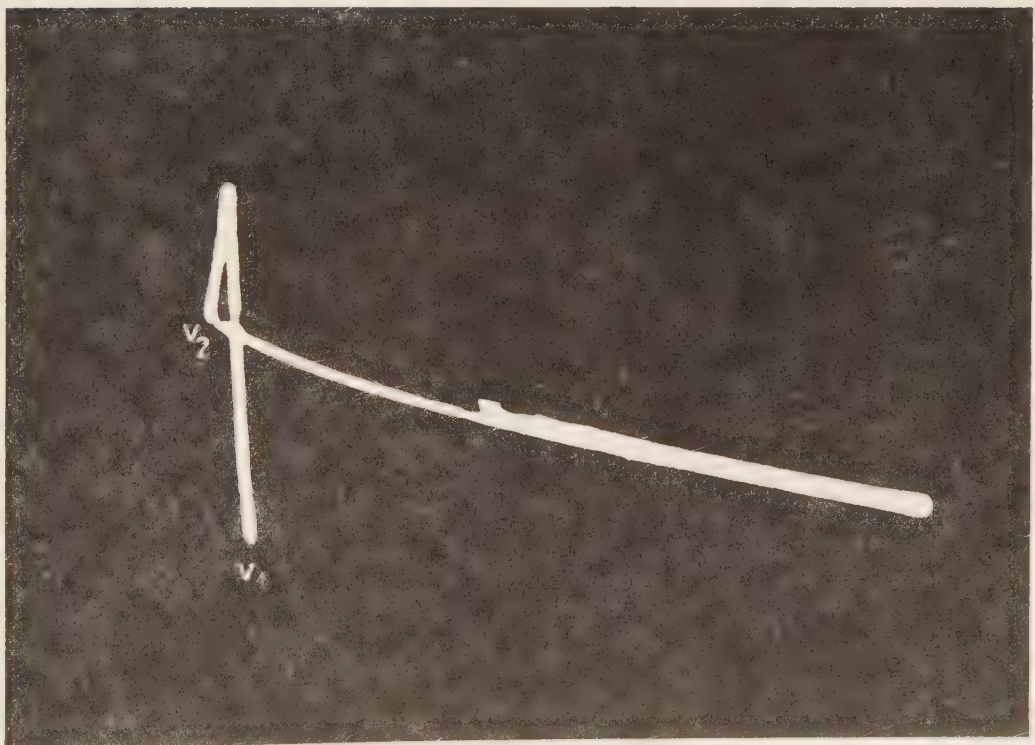
- (1) M. LAPORTE : Décharge électrique dans les gaz (A. COLIN 1948)
- (2) G. MAGGETTO : Le thyristor en Electronique. Le thyristor : Définitions, protections, commandes (Presses Universitaires de Bruxelles, Eyrolles Editeur - Paris).
- (3) E. BARDAREU, I. POPESCU : Gaz ionisés. Décharges électriques dans les gaz (Dunod 1968)
- (4) J. BITO : Acta technica Academiae Hungaricae Tomus 62 (3-4), pp 317-350 (1968).
- (5) J.R. ACTON, M.SC., J.D. SWIFT, B.SC., PH.D. : Cold Cathodes Discharge Tubes (London Heywood and Company L.T.D. 1963).
- (6) J.J. THOMSON and G.G. THOMSON : Conduction of Electricity through Gases Vol II (Dover Publication, Inc. New York 1932).
- (7) J. KOELBEL : Strom-Spannungs-Kennlinien von Niederdruck-Glimmentladungen hoher Stromdichten für Brennspannungen bis 5 kV (Forschungsbericht des Landes-Nordrhein-Westfalen, 1966, Nr 1618, Westdeutscher Verlag Opladen)
- (8) H. STRACK : Glimmentladung im Innern eines kathodischen Rohres (Forschungsbericht des Landes-Nordrhein-Westfalen, 1960, Nr 829, Westdeutscher Verlag Opladen)
- (9) R. GIBERT : Génie Chimique, Tome II, Transmission de la chaleur (Eyrolles 1963)
- (10) M. GANTOIS, H. MICHEL, J.C. DEPECKER : Brevet déposé à l'ANVAR
- (11) W.H. Mc ADAMS : Heat Transmission (Mc Graw-Hill Book Company, Inc New York Toronto New York London 1954)
- (12) M. MARTIN : Cours Aérothermie ENSMIN.

- (13) J.LEGRAS : Méthodes et techniques de l'analyse numérique
(Dunod 1971)
- (14) J.POMEY : Mem. Scient. Rev. Met., 1963, LX, N° 3
- (15) M.HANSEN: Constitution of binary Alloys (1958)
(Mc Graw Hill Book Company, Inc)
- (16) M.GANTOIS, H.MICHEL, M.CONFENTE : 15^{ème} Colloque International pour
l'étude des traitements thermiques CAEN 1974
- (17) M.GANTOIS, H.MICHEL, J.P. LEBRUN : Nitruration par bombardement ionique
des aciers inoxydables 18-10
(Revue de Métallurgie, LXIX, 10, 1972, pp 727-738)
- (18) M.GANTOIS, H.MICHEL : Etude de la nitruration par bombardement ionique du
titane et des alliages de titane
(Revue de la Métallurgie, LXIX, 10, 1972, pp 739-749)
- (19) A.E.PALTY, H.G.MARGOLIN, J.P.NIELSEN : Trans ASM 46 (1954), 312-328
- (20) J.KOELBEL : Die Nitridschbildung bei der Glimmnitrirung (1965)
(Forschungsbericht des Landes Nordrhein-Westfalen, nr
1555, Westdeutscher Verlag Opladen)
- (21) M.HUDIS : Study of Ion-Nitriding
(J.Appl.Phys., Avr. 1973, 44, (4), 1489-1496)

PLANCHE N° 1



Courbes $-v(t)$ et $i(t)$



Courbe $v(i)$

PROGRAMME DE CALCUL DES TEMPERATURES ET DE LA PUISSANCE A L'EQUILIBRE

```

GFL
DUP FUNCTION COMPLETED
*DELET          GFL
DUP FUNCTION COMPLETED
*STORE          GFL
GFL
DUP FUNCTION COMPLETED
// FOR DEPEC
*LIST SOURCE PROGRAM
*ONE WORD INTEGERS
*IOCS(CARD,TYPEWRITER,DISK)
*NONPROCESS PROGRAM
*EXTENDED PRECISION
      DIMENSION X(5),F(5,5),G(5,5),H(5),B(5),DF(5,5),DGFH1(5,5),DELA(5)
      DIMENSION GF(5)
C DETERMINATION DE LA CARACTERISTIQUE STATIQUE
C T1(Q)
C DECLARATION IMPLICITE
      PHH(XMET)=9. E-05*(XMET-TL)**(1./3.)
      DPHH(XMET)=3. E-05*(XMET-TZ)**(-2./3.)
C CO EFFICIENTS FIXES
      SIGMA=1.355 E-12
      ALF23=0.33
      S2=5. E+04
      ALF34=0.33
      S3=5. E+04
      AK=2.5 E-04
      AL=2.5 E+04
      S=7.5 E+04
      TZ=293.
C DONNEES
      READ(2,1000)ALF12,AM1,C1,S1
1000  FORMAT(F8.3/F8.1/F8.1/E0.2)
      DO 1 I=1,5
      H(I)=0
      B(I)=0
      DO 1 J=1,5
      F(I,J)=0
1      G(I,J)=0
      F(1,2)=SIGMA*ALF12*S1
      F(2,2)=-SIGMA*(ALF12*S1+ALF23*S2)
      F(2,3)=SIGMA*ALF23*S2
      F(3,2)=SIGMA*ALF23*S2
      F(3,3)=-SIGMA*(ALF23*S2+ALF34*S3)
      F(3,4)=SIGMA*ALF34*S3
      F(4,3)=SIGMA*ALF34*S3
      F(4,4)=-SIGMA*ALF34*S3
      G(1,1)=1.
      G(4,4)=-AK*AL
      G(4,5)=AK*AL
      G(5,4)=AK*AL
      G(5,5)=-AK*AL
C DEBUT DE L'ALGORITHME.CHOIX DE T1
      T1=320.
      KONT=0
      DO 13 K=1,16
      T1=T1+40.
      B(1)=SIGMA*ALF12*S1*T1*T1*T1*T1
      B(2)=-B(1)

```



```

X(1)=2000.
X(2)=T1
X(3)=T1
X(4)=T1
X(5)=T1
5 CONTINUE
H(5)=-S*PHI(X(5))*(X(5)-TZ)
KONT=KONT+1.
DO 2 L=1,5
GF(L)=0.
DO 3 M=1,5
3 GF(L)=GF(L)+F(L,M)*X(M)*X(M)*X(M)*X(M)
DO 4 M=1,5
4 GF(L)=GF(L)+G(L,M)*X(M)
2 GF(L)=GF(L)+H(L)-B(L)
C CALCUL DU JACOBIEN
DO 6 L=1,5
DO 6 M=1,5
6 DF(L,M)=4.*F(L,M)*X(M)*X(M)*X(M)+G(L,M)
DF(5,5)=DF(5,5)-(DPM(X(5))*S*(X(5)-TZ)+PHI(X(5))*S)
C CALCUL DE L INVERSE DU JACOBIEN DGFMI
DO 20 KL=1,5
DO 20 KM=1,5
20 DGFMI(KL,KM)=DF(KL,KM)
CALL GFL(5,DGFMI,100,1.E-05)
DO 8 L=1,5
DELX(L)=0.
DO 8 M=1,5
8 DELX(L)=DELX(L)-DGFMI(L,M)*GF(M)
C CALCUL D'UNE NORME EUCLIDIENNE DE DELX
ANORM=DELX(1)*DELX(1)/2500.
DO 9 L=2,5
9 ANORM=ANORM+DELX(L)*DELX(L)
BNORM=SQRT(ANORM)
DO 12 L=1,5
12 X(L)=X(L)+DELX(L)
IF(BNORM-5.)10,10,11
11 GO TO 5
10 Q=4.18*X(1)
WRITE (1,1001)Q,T1,X(2),X(3),X(4),X(5),KONT
1001 FORMAT('PUISSANCE =',F10.3,' WATTS'/'T1=',F8.0/'T2=',F8.0/'T3=',F8.
1.0/'T4=',F8.0/'T5=',F8.0/'NOMBRE D ITERATIONS',15)
13 KONT=0
CALL EXIT
END

```

FEATURES SUPPORTED
NONPROCESS
ONE WORD INTEGERS
EXTENDED PRECISION
IOCS

CORE REQUIREMENTS FOR DEPEC			
COMMON	0 INSKEL COMMON	0 VARIABLES	452 PROGRAM 1008

END OF COMPILATION

DONNEES
ALF12 = 0,5
AM1 = 500
C1 = 0,1
S1 = 35 000

PROGRAMME DE CALCUL DE LA MONTEE EN TEMPERATURE

```
// JOB
// FOR FOUR
*LIST SOURCE PROGRAM
*ONE-WORD INTEGERS
*NON PROCESS PROGRAM
*IOCS(CARD,TYPEWRITER,DISK)
*EXTENDED PRECISION
REAL M2,M3,M4,M5,M1
DIMENSION T(5),TI(5),AK1(5),AK2(5),AK3(5),AK4(5)
F1(T1,T2,Q)=-A11*T1*T1*T1*T1+A12*T2*T2*T2*T2+B1*Q
F2(T1,T2,T3)=A21*T1*T1*T1*T1-A22*T2*T2*T2*T2+A23*T3*T3*T3*T3
F3(T2,T3,T4)=A32*T2*T2*T2*T2-A33*T3*T3*T3*T3+A34*T4*T4*T4*T4
F4(T3,T4,T5)=A43*T3*T3*T3*T3-A44*T4*T4*T4*T4+A45*T5*T5*T5*T5
F51(T4,T5,TZ)=G5*(T4-T5)-D5*7.7E-05*(T5-T4)**(5./4.)
F52(T4,T5,TZ)=G5*(T4-T5)-D5*7.7E-05*(T5-T4)**(5./4.)
SIGMA=1.355 E-12
M2=80.
C2=100.
ALF23=0.33
S2=5.E+04
ALF34=0.33
M3=80.
C3=100.
S3=5.E+04
M4=250.
C4=100.
AK=2.5 E-04
AL=2.5E-04
S=7.5 E-04
M5=40.
C5=210.
H=150.
TZ=253.
1001 READ(2,1001)ALF12,M1,C1,S1,Q
FORMAT(F8.3/F8.1/F8.1/F6.0/F6.0)
A11=SIGMA*ALF12*S1/(M1*C1)
A12=A11
B1=1./(M1*C1)
A21=SIGMA*ALF12*S1/(C2*C2)
A22=S1*(ALF12*S1+ALF13*S2)/(C2*C1)
A23=S1*(ALF23*S2)/(C2*C1)
A32=SIGMA*ALF23*S2/(C3*C3)
A33=S1*(ALF23*S2+ALF34*S3)/(C3*C1)
A34=SIGMA*ALF34*S3/(C3*C3)
A43=S1*(ALF34*S3)/(C4*C4)
A44=A43
G4=AK*AL/(M4*C4)
G5=AK*AL/(M5*C5)
D5=S/(M5*C5)
C SIMULATION NUMERIQUE RUNGE KUTTA
DO 10 K=1,5
10 T(K)=TZ
TEMPS=H/60.
C INITIALISATION DES INTERMEDIAIRES
37 DO 11 K=1,5
11 TI(K)=T(K)
C CALCUL DE K1
AK1(1)=H*F1(TI(1),TI(2),Q)
AK1(2)=H*F2(TI(1),TI(2),TI(3))
AK1(3)=H*F3(TI(2),TI(3),TI(4))
AK1(4)=H*F4(TI(3),TI(4),TI(5))
DET=T(5)-TZ
IF(DET-2.0E-11,21,22
```



```

21 AK1(5)=H*F51(TI(4),TI(5),TZ)
GO TO 23
22 AK1(5)=H*F52(TI(4),TI(5),TZ)
23 CONTINUE
DO 24 K=1,5
24 TI(K)=T(K)+AK1(K)/2.
C CALCUL DE K2
AK2(1)=H*F1(TI(1),TI(2),Q)
AK2(2)=H*F2(TI(1),TI(2),TI(3))
AK2(3)=H*F3(TI(2),TI(3),TI(4))
AK2(4)=H*F4(TI(3),TI(4),TI(5))
DET=T(5)-TZ
IF(DET-2.9)25,25,26
25 AK2(5)=H*F51(TI(4),TI(5),TZ)
GO TO 27
26 AK2(5)=H*F52(TI(4),TI(5),TZ)
27 CONTINUE
DO 28 K=1,5
28 TI(K)=T(K)+AK2(K)/2.
C CALCUL DE K3
AK3(1)=H*F1(TI(1),TI(2),Q)
AK3(2)=H*F2(TI(1),TI(2),TI(3))
AK3(3)=H*F3(TI(2),TI(3),TI(4))
AK3(4)=H*F4(TI(3),TI(4),TI(5))
DET=T(5)-TZ
IF(DET-2.9)29,29,30
29 AK3(5)=H*F51(TI(4),TI(5),TZ)
GO TO 31
30 AK3(5)=H*F52(TI(4),TI(5),TZ)
31 CONTINUE
DO 32 K=1,5
32 TI(K)=T(K)+AK3(K)
C CALCUL DE K4
AK4(1)=H*F1(TI(1),TI(2),Q)
AK4(2)=H*F2(TI(1),TI(2),TI(3))
AK4(3)=H*F3(TI(2),TI(3),TI(4))
AK4(4)=H*F4(TI(3),TI(4),TI(5))
DET=T(5)-TZ
IF(DET-2.9)33,33,34
33 AK4(5)=H*F51(TI(4),TI(5),TZ)
GO TO 35
34 AK4(5)=H*F52(TI(4),TI(5),TZ)
35 CONTINUE
C CALCUL DE T(N+1)
DO 36 K=1,5
36 T(K)=T(K)+(AK1(K)+2.*AK2(K)+2.*AK3(K)+AK4(K))/6.
WRITE (1,2000)TEMPS,T(1),T(2),T(3),T(4),T(5)
2000 FORMAT(G(18.1,5X))
IF(T(1)-840.)38,39,39
38 TEMPS=TEMPS+H/60.
GO TO 37
39 CALL EXIT
END

```

FEATURES SUPPORTED
 NONPROCESS
 ONE WORD INTEGERS
 EXTENDED PRECISION
 IOCS

CORE REQUIREMENTS FOR FOUR

COMMON 1 INSKEL COMMON

2 VARIABLES

274 PROGRAM

105

END OF CO_RELATIVE

DONNEES : ALF12 = 0,5 ; AM1 = 500 ; C1 = 0,1 ; S1 = 35 000 ; Q = 8 400


```

DET=T(5)-TZ
IF(DET-2.9)21,21,22
21 AK1(5)=H*F51(TI(4),TI(5),TZ)
GO TO 23
22 AK1(5)=H*F52(TI(4),TI(5),TZ)
23 CONTINUE
DO 24 K=1,5
24 TI(K)=T(K)+AK1(K)/2.
CALCUL DE K2
AK2(1)=H*F1(TI(1),TI(2),Q)
AK2(2)=H*F2(TI(1),TI(2),TI(3))
AK2(3)=H*F3(TI(2),TI(3),TI(4))
AK2(4)=H*F4(TI(3),TI(4),TI(5))
DET=T(5)-TZ
IF(DET-2.9)25,25,26
25 AK2(5)=H*F51(TI(4),TI(5),TZ)
GO TO 27
26 AK2(5)=H*F52(TI(4),TI(5),TZ)
27 CONTINUE
DO 28 K=1,5
28 TI(K)=T(K)+AK2(K)/2.
CALCUL DE K3
AK3(1)=H*F1(TI(1),TI(2),Q)
AK3(2)=H*F2(TI(1),TI(2),TI(3))
AK3(3)=H*F3(TI(2),TI(3),TI(4))
AK3(4)=H*F4(TI(3),TI(4),TI(5))
DET=T(5)-TZ
IF(DET-2.9)29,29,30
29 AK3(5)=H*F51(TI(4),TI(5),TZ)
GO TO 31
30 AK3(5)=H*F52(TI(4),TI(5),TZ)
31 CONTINUE
DO 32 K=1,5
32 TI(K)=T(K)+AK3(K)
CALCUL DE K4
AK4(1)=H*F1(TI(1),TI(2),Q)
AK4(2)=H*F2(TI(1),TI(2),TI(3))
AK4(3)=H*F3(TI(2),TI(3),TI(4))
AK4(4)=H*F4(TI(3),TI(4),TI(5))
DET=T(5)-TZ
IF(DET-2.9)33,33,34
33 AK4(5)=H*F51(TI(4),TI(5),TZ)
GO TO 35
34 AK4(5)=H*F52(TI(4),TI(5),TZ)
35 CONTINUE
CALCUL DE T(N+1)
DO 36 K=1,5
36 T(K)=T(K)+(AK1(K)+2.*AK2(K)+2.*AK3(K)+AK4(K))/5.
WRITE (1,2000)TEMPS,T(1),T(2),T(3),T(4),T(5)
2000 FORMAT(5(F8.1,5X))
TEMPS=TEMPS+H/60.
IF(T(1)-TREF)38,39,39
38 GO TO 37
39 DO 40 K=2,5
40 TI(K)=T(K)
CALCUL DE K1
AK1(2)=H*F2(T(1),TI(2),TI(3))
AK1(3)=H*F3(TI(2),TI(3),TI(4))
AK1(4)=H*F4(TI(3),TI(4),TI(5))
DET=T(5)-TZ
IF(DET-2.9)41,41,42
AK1(5)=H*F51(TI(4),TI(5),TZ)

```



```

GO TO 43
42 AK1(5)=H*F52(TI(4),TI(5),TZ)
43 CONTINUE
DO 44 K=2,5
44 TI(K)=T(K)+AK1(K)/2.
C CALCUL DE K2
AK2(2)=H*F2(T(1),TI(2),TI(3))
AK2(3)=H*F3(TI(2),TI(3),TI(4))
AK2(4)=H*F4(TI(3),TI(4),TI(5))
DET=T(5)-TZ
IF(DET-2.9)45,45,46
45 AK2(5)=H*F51(TI(4),TI(5),TZ)
GO TO 47
46 AK2(5)=H*F52(TI(4),TI(5),TZ)
47 CONTINUE
DO 48 K=2,5
48 TI(K)=T(K)+AK2(K)/2.
C CALCUL DE K3
AK3(2)=H*F2(T(1),TI(2),TI(3))
AK3(3)=H*F3(TI(2),TI(3),TI(4))
AK3(4)=H*F4(TI(3),TI(4),TI(5))
DET=T(5)-TZ
IF(DET-2.9)49,49,50
49 AK3(5)=H*F51(TI(4),TI(5),TZ)
GO TO 51
50 AK3(5)=H*F52(TI(4),TI(5),TZ)
51 CONTINUE
DO 52 K=2,5
52 TI(K)=T(K)+AK3(K)
C CALCUL DE K4
AK4(2)=H*F2(T(1),TI(2),TI(3))
AK4(3)=H*F3(TI(2),TI(3),TI(4))
AK4(4)=H*F4(TI(3),TI(4),TI(5))
DET=T(5)-TZ
IF(DET-2.9)53,53,54
53 AK4(5)=H*F51(TI(4),TI(5),TZ)
GO TO 55
54 AK4(5)=H*F52(TI(4),TI(5),TZ)
55 CONTINUE
C CALCUL DE T(N+1)
DO 56 K=2,5
56 T(K)=T(K)+(AK1(K)+2.*AK2(K)+2.*AK3(K)+AK4(K))/6.
P=4.18*SIGMA*ALF12*S1*(T(1)*T(1)*T(1)*T(1)-T(2)*T(2)*T(2)*T(2))
WRITE(1,3000)TEMPS,P,T(2),T(3),T(4),T(5)
3000 FORMAT(6(F8.1,5X))
TEMPS=TEMPS+H/60.
GO TO 39
END

```

FEATURES SUPPORTED
NONPROCESS
ONE WORD INTEGERS
EXTENDED PRECISION
IOCS

CORE REQUIREMENTS FOR FOUR
COMMON 0 INSKEL COMMON 0 VARIABLES 280 PROGRAM 2524

END OF COMPILATION

DONNEES :
ALF12 = 0,5 ; AM1 = 500 ; C1 = 0,1 ; S1 = 35 000 ; Q = 8 400 ; TREF = 840

NOM DE L'ETUDIANT : DEPECKER Jean-Charles

NATURE DE LA THESE : Docteur Ingénieur

VU, APPROUVE

& PERMIS D'IMPRIMER

NANCY, 1^e

LE PRESIDENT DE L'UNIVERSITE DE NANCY I

